



*А. Г. Эванс  
Т. Г. Лэнгдон*

# КОНСТРУКЦИОННАЯ КЕРАМИКА

# STRUCTURAL CERAMICS

*A. G. Evans*

Science Center, Rockwell International, Thousand Oaks,  
California 91360, USA

and

*T. G. Langdon*

Department of Materials Science, University of Southern  
California, Los Angeles, California 90007, USA



PERGAMON PRESS

*А. Г. Эванс, Т. Г. Лэнгдон*

## КОНСТРУКЦИОННАЯ КЕРАМИКА

Перевод с английского кандидатов технических наук  
*Л. П. Карпиловского, Б. И. Поляка*

Под редакцией докт. техн. наук *А. С. Власова*



МОСКВА «МЕТАЛЛУРГИЯ» 1980

**Конструкционная керамика.** Э в а н с А. Г., Л э н г д о н Т. Г. Пер. с англ. М., «Металлургия», 1980. 256 с. с ил.

В книге впервые обобщены сведения по вопросам, относящимся к научным основам создания и оценки конструкционной керамики — перспективного высокотемпературного материала для различных областей техники. Обе проблемы рассмотрены с единых теоретических позиций. Дан системный подход к проектированию конструкционных керамических материалов и изделий. Представлены исследования по механике разрушения и устойчивости керамики в условиях разнообразных механических и термических нагрузок. Приведены методы испытаний керамических элементов конструкций и прогнозирования их долговечности. Отражены успехи в изучении керамики из оксидов алюминия, магния, бериллия, карбида и нитрида кремния, а также монокристаллов различных веществ.

Книга предназначена для научных работников и инженеров — материаловедов, технологов и конструкторов, связанных с разработкой, исследованием и эксплуатацией керамики, огнеупоров и других конструкционных материалов. Ил. 166. Табл. 11. Библиогр. список: 674 назв.

Э  $\frac{31\ 011 - 105}{040\ (01) - 80}$  126 — 80 2 601 000 000

© Pergamon Press Ltd., 1976

© Перевод на русский язык, «Металлургия», 1980



## УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

Если в тексте нет особых указаний на значения символов, следует пользоваться данным списком обозначений.

- $A$  — площадь (в индексах:  $CR$  — трещины;  $0$  — элементарная;  $v$  — границ субзерен на единицу объема);
- $a$  — длина трещины (в индексах:  $0$  — начальная;  $f$  — конечная;  $a$  — остановленной;  $b$  — в конце области II медленного роста;  $c$  — критическая;  $r$  — конической;  $i$  — наибольшей;  $p$  — при разрушающем напряжении);
- $a^*$  — длина трещины при  $K_{Ic}$  ( $a \neq a_0$ );
- $a'$  — параметр формы в функции распределения длины трещин;
- $a_u$  — верхний предел размера трещин;
- $a_s$  — нормализующая константа длины трещин;
- $a_l$  — порядок длины трещин;
- $\Delta a$  — приращение длины трещины;
- $B$  — константа, связанная с податливостью и длиной трещины;
- $B^*$  — константа, связывающая  $K_{Ic}$  и  $v$  для термически активированного распространения трещины;
- $B'$  — коэффициент при разложении в ряд;
- $\vec{b}$  — вектор Бюргерса;
- $C$  — концентрация (в индексах:  $s$  — силоксановых связей;  $so$  — атомов растворенного вещества;  $t$  — тетрагональных дефектов;  $v$  — вакансий);
- $c$  — малая полуось эллипса;
- $c_{44}$  — жесткость упругого сдвига;
- $D$  — коэффициент диффузии (в индексах:  $cl$  — в направлении перемещения дислокаций;  $c$  — вдоль ядра дислокации;  $eff$  — эффективный;  $g$  — в направлении скольжения дислокаций;  $gb$  — по границам зерен;  $ph$  — в жидкой фазе по границам зерен;  $l$  — в кристаллической решетке);
- $D_0$  — предэкспоненциальный частотный фактор в уравнении диффузии;
- $d$  — параметр длины (в индексах:  $d$  — расстояние между дефектом и плоскостью скольжения;  $p$  — то же, между коллинеарными трещинами;  $ob$  — то же, между препятствиями;  $s$  — то же, между дефектами в волокне;  $dn$  — то же, между дислокациями;  $j$  — то же, между ступеньками дислокаций;  $gb$  — толщина границы зерна;  $l$  — высота выступа границы зерна;  $sg$  — размер субзерен;  $w$  — толщина границы субзерен;  $dp$  — длина диполя на установившейся стадии ползучести);
- $(d_s)_c$  — критическое значение  $d_s$ ;
- $\Delta d$  — глубина поверхностных дефектов;
- $(\Delta d)_s$  — разница размеров частиц растворенного вещества и растворителя;
- $E$  — модуль Юнга (в индексах:  $f$  — волокна;  $i$  — включения;  $m$  — матрицы);
- $E^o$  — внутренняя энергия системы;
- $\Delta E_g$  — акустическая энергия;
- $e$  — заряд электрона;
- $F$  — интегральная функция распределения;
- $f$  — сила;
- $f_0$  — константа силы;
- $G$  — размер зерна;
- $G_m$  — размер элемента макроструктуры;
- $G_p$  — предельный размер зерна;
- $\bar{G}$  — средний размер зерна;
- $\bar{G}_l$  — средний размер зерна в направлении продольной оси;
- $\Delta G$  — свободная энергия активации;

- $g$  — функция распределения элементарной прочности по размерам дефектов;
- $g_0$  — параметр, связывающий циклический и квазистатический медленный рост трещины;
- $g'$  — параметр термического напряжения;
- $\Delta H$  — энтальпия активации;
- $\Delta H_{tip}$  — изменение энтальпии при отделении атома от вершины кончика трещины;
- $\Delta H_{ledge}$  — изменение энтальпии при присоединении атома к выступу на поверхности;
- $L$  — постоянная Планка;
- $I$  — фактор напряжения для многоосных напряженных состояний;
- $I_0$  — нормализующий фактор напряжения;
- $i$  — число измерений;
- $i_g$  — число сечений зерен;
- $(i_g)_m$  — нормализующая константа;
- $i_p$  — число пор;
- $J$  — константа в соотношении между вероятностью и временем до разрушения;
- $K$  — коэффициент интенсивности напряжения (в индексах: I — типа I; II — типа II; III — типа III; Ic — критический типа I; ID — динамический типа I; Ia — типа I при остановке трещины Ii — начальный коэффициент интенсивности напряжения; R — при заживлении трещины; O — на пределе медленного роста трещины);
- $(K_{Ic})_g$  — коэффициент интенсивности макронапряжения;
- $(K_{Ic})_p$  — коэффициент интенсивности микронапряжения;
- $K_{Ic}^M$  — коэффициент интенсивности напряжения матрицы;
- $\Delta K$  — амплитуда коэффициента интенсивности циклического напряжения;
- $k$  — постоянная Больцмана;
- $L$  — нагрузка (в индексах: O — начальная; f — конечная; max — максимальная; c — критическая);
- $\Delta L$  — приращение (или уменьшение) нагрузки;
- $l$  — размер по длине;
- $l'$  — расстояние между внутренними точками приложения нагрузки при испытании на изгиб;
- $l^*$  — длина скопления дислокаций;
- $M$  — константа;
- $M^*$  — масштабный параметр;
- $m$  — масштабный параметр в распределении Вейбулла;
- $m_g$  — показатель степени величины, обратной размеру зерна;
- $m^*$  — экспонента кривой скорость дислокации—напряжение;
- $m^{**}$  — чувствительность к скорости деформации;
- $m'$  — экспонента разложения в ряд;
- $N$  — общее число экспериментов;
- $N_0$  — число циклов;
- $N_a$  — число импульсов на одно событие при акустической эмиссии;
- $N_{ob}$  — поверхностная плотность препятствий на плоскости скольжения;
- $N_{dp}$  — число диполей;
- $\dot{N}_{dp}$  — скорость образований диполей;
- $N_d$  — число источников активных дислокаций;
- $N_e$  — число событий;
- $N_m$  — число мест возникновения микротрещин;
- $N_t$  — общее число импульсов при акустической эмиссии;
- $n$  — экспонента уравнения медленного роста трещины;
- $n^*$  — число дислокаций в скоплении;
- $n_g$  — число сторон на одно зерно;

- $\left. \begin{matrix} P \\ P' \end{matrix} \right\}$  — вероятности;  
 $P_f$  — вероятность разрушения;  
 $P_{fp}$  — вероятность разрушения после проверочного испытания;  
 $p$  — давление;  
 $p_{ext}$  — внешнее давление;  
 $p_{int}$  — внутреннее давление;  
 $Q$  — энергия активации (в индексах:  $c$  — истинная ползучести;  $d$  — для наиболее медленно диффундирующих объектов;  $gb$  — диффузии по границам зерен;  $l$  — диффузии в кристаллической решетке);  
 $Q'_c$  — кажущаяся энергия активации ползучести;  
 $Q^o$  — потеря тепла системой;  
 $q, q', q^*$  — экстремальные параметры;  
 $q_0$  — упругий параметр в задачах о герцевых напряжениях;  
 $R$  — проверочное отношение;  
 $r$  — радиус (в индексах:  $o$  — наружный;  $i$  — внутренний;  $eff$  — эффективный;  $pore$  — поры;  $f$  — волокна;  $cy$  — цилиндра;  $inc$  — включения;  $p$  — ударяющей частицы;  $sp$  — герцева контакта;  $g$  — зерна;  $ob$  — препятствия;  $d$  — ядра дислокаций;  $pa$  — частицы;  $n$  — перешейка);  
 $(r_g)m$  — нормализующая константа радиуса зерна;  
 $r^*$  — радиус кончика трещин;  
 $r_p^*$  — радиус пластичной зоны у кончика трещины;  
 $S$  — разрушающее напряжение в отсутствие медленного роста трещин;  
 $S_0$  — исходная прочность при разрушении;  
 $S^*, S'$  — масштабные параметры функции распределения разрушающих напряжений;  
 $S_u$  — нижний предел разрушающего напряжения;  
 $S_{deg}$  — деградированная прочность при разрушении;  
 $S_f^*$  — прочность волокон с дефектами;  
 $S_f'$  — прочность бездефектных волокон;  
 $S_l$  — уровень прочности;  
 $S_D$  — напряжение при динамическом разрушении;  
 $S^o$  — плотность энергии деформации;  
 $S_c^o$  — критическая плотность энергии деформации;  
 $\Delta S$  — энтропия активации;  
 $s$  — константа пружины;  
 $T$  — температура;  
 $T_m$  — температура плавления;  
 $\Delta T$  — перепад температур;  
 $\Delta T_c$  — критический перепад температур;  
 $t$  — время (в индексах:  $f$  — до разрушения;  $L$  — нагружения;  $u$  — разгружения;  $p$  — при проверочной нагрузке;  $r$  — релаксации;  $st$  — до достижения постоянной скорости ползучести);  
 $(t_f)_c$  — время до разрушения при циклической нагрузке;  
 $(t_f)_s$  — время до разрушения при статической нагрузке;  
 $t_f^o$  — относительное время до разрушения;  
 $t_0$  — продолжительность события;  
 $t_{min}^o$  — минимальное время до разрушения без медленного роста трещины при проверочном испытании;  
 $U$  — энергия деформации;  
 $U_b$  — энергия связи;  
 $U_0$  — энергия растянутых связей;  
 $U_{sf}$  — энергия дефектов кристаллической решетки;  
 $\Delta U_s$  — изменение энергии деформации при увеличении длины трещины на один атом;

- $u$  — смещения в направлении оси  $y$  вблизи кончика трещины;
- $u_c$  — критическое смещение кончика трещины;
- $u_1, u_2, u_3$  — компоненты смещения вследствие скольжения границ зерен;
- $V$  — объем (в индексах:  $O$  — элементарный;  $a$  — атомный;  $M$  — молярный);
- $V_{pore}$  — объемная доля пор;
- $V_{fiber}$  — объемная доля волокон;
- $V_t^0$  — пороговое электрическое напряжение;
- $V_t^*$  — начальное выходное напряжение на трансформаторе;
- $\Delta V$  — активационный объем;
- $v$  — скорость роста трещины;
- $v_{dis}$  — скорость дислокации;
- $v_m$  — конечная скорость трещины;
- $v_p$  — скорость ударяющей частицы;
- $v_c$  — конечная скорость дислокации;
- $W$  — внешняя работа;
- $w$  — размер образца;
- $Y$  — геометрический параметр, связывающий размер и форму дефекта;
- $y$  — смещение (в индексах:  $m$  — максимальное;  $c$  — критическое;  $m$  — упругое испытательной машины;  $e$  — упругое образца;  $p$  — пластическое образца);
- $\dot{y}$  — скорость смещения;
- $y'$  — смещение в центре изгибаемой балки;
- $Z$  — параметр морфологии дефектов;
- $Z_0$  — координационное число;
- $z$  — экстремальный масштабный параметр распределения;
- $\alpha$  — температурный коэффициент линейного расширения (в индексах:  $i$  — включения;  $m$  — матрицы);
- $\alpha_0$  — атомный размер;
- различные константы:
- $\alpha^*$  — связывающая  $v$  и  $K_1$ ;
- $\alpha'$  — частотная;
- $\alpha^{**}, \alpha''$  — для соотношения частота — энтропия;
- $\beta$  — равная  $\sim 1,1$ ;
- $\beta^0$  — связывающая (СКТ) с  $\sigma_T$  и  $r_p^*$  (от 2 до 4);
- $\beta^*$  — термического напряжения;
- $\beta_n$  — в уравнении для концентрации вакансий;
- $\beta'$  — связывающая напряжение сдвига и скорость дислокаций;
- $\beta_g, \beta_n, \beta_i, \beta_k, \beta_l$  — подобранные для гранулометрического состава;
- $\beta_e$  — пропорциональности при ударе;
- $\beta_m$  — риск многоосного разрушения;
- $\beta_l$  — для соотношения плотность дислокаций — деформация;
- $\beta_v$  — для соотношения концентрация вакансий — деформация;
- $\beta_{11}, \beta_{12}, \beta_{23}$  — для уравнений, связывающих плотность с энергией деформации;
- $\gamma$  — деформация сдвига;
- $\dot{\gamma}$  — скорость деформации сдвига;
- $\dot{\gamma}_{gb}$  — скорость деформации сдвига по границам зерен;
- $\Gamma$  — поверхностная энергия (в индексах:  $O$  — термодинамическая;  $i$  — разрушения;  $p$  — вклад в  $\Gamma_i$  пластического течения;  $p_0$  — вклад в  $\Gamma_i$  от вытягивания волокна;  $a$  — вклад в  $\Gamma_i$  термических и других потерь;  $g$  — разрушения по границам зерен);
- $\Gamma'$  — межфазное поверхностное натяжение;
- $\delta$  — угловой вектор;
- $\Delta$  — символ разности;
- $\Delta_i$  — начальная плотность;
- $\Delta_0$  — теоретическая плотность;

- $\varepsilon$  — деформация (в индексах:  $x$  — нормальная в направлении оси  $x$ ;  $y$  — нормальная в направлении оси  $y$ ;  $z$  — нормальная в направлении оси  $z$ ;  $c$  — нормальная критическая;  $\max$  — нормальная максимальная;  $i$  — мгновенная;  $st$  — установившаяся;  $d$  — вследствие диффузии вакансий;  $gm$  — вследствие движения зерен;  $t$  — общая деформация ползучести;  $s$  — обусловленная процессами в кристаллической решетке;  $d$  — вследствие диффузионной ползучести;  $gbs$  — ползучести вследствие проскальзывания по границам зерен;  $O$  — критическая при превыстом течении);  
 $\dot{\varepsilon}$  — скорость нормальной деформации;  
 $\dot{\varepsilon}_p$  — скорость пластической деформации;  
 $\Delta \varepsilon$  — перепад деформаций;  
 $\Delta \varepsilon_d$  — тетрагональное искажение;  
 $\eta$  — экспонента напряжения при пластическом течении;  
 $\eta^0$  — показатель в уравнении зависимости интенсивности акустической эмиссии от коэффициента интенсивности напряжения;  
 $\eta_c$  — экспонента напряжения для дислокационной ползучести;  
 $H$  — константа;  
 $\theta$  — угловой вектор;  
 $\theta_d$  — угловое отношение при проскальзывании по границам зерен;  
 $\chi$  — статическая диэлектрическая проницаемость;  
 $\chi$  — константа для определения усилия вблизи кончика трещины;  
 $\chi_1$ ;  $\chi_2$  — константы для определения напряжения Герца;  
 $\chi^0$  — порядок реакции;  
 $\chi_c$  — константа в уравнении для напряжения, вызывающего рост трещины;  
 $\lambda$  — податливость;  
 $\mu$  — модуль сдвига (в индексах:  $m$  — матрицы;  $i$  — включения);  
 $\nu$  — коэффициент Пуассона (в индексах:  $m$  — матрицы;  $i$  — включения);  
 $E$  — интенсивность выделения энергии деформации;  
 $\varepsilon^0$  — различные константы:  
 $\varepsilon^0_{\dot{\varepsilon}}$  — связывающая скорости осевой и сдвиговой деформации;  
 $\varepsilon^0_{\dot{\varepsilon}_0}$  — связывающие  $K_1$  с чувствительностью к скорости деформации;  
 $\varepsilon^0$  — константа пропорциональности в уравнении проскальзывания по границам зерен;  
 $\varepsilon_1$ ,  $\varepsilon_2$  — концентрации механического напряжения;  
 $\varepsilon_0$  — диапазон напряжений для медленного роста трещин при переносе вещества;  
 $\varepsilon_p$  — риск разрушения;  
 $\varepsilon_t$  — экспонента в соотношении полная плотность дислокаций — деформация;  
 $\varepsilon_0$  — экспонента в соотношении концентрация вакансий — деформация;  
 $\rho$  — плотность (в индексах:  $m$  — подвижных дислокаций;  $m_s$  — подвижных винтовых дислокаций;  $t$  — общая плотность дислокаций;  $o$  — вросших дислокаций;  $s$  — дислокаций в субзернах);  
 $\Lambda$  — константа;  
 $\sigma$  — напряжение (в индексах:  $a$  — нормальное приложенное;  $av$  — нормальное среднее;  $\max$  — нормальное максимальное;  $ax$  — осевое;  $h$  — растягивающее, центробежного происхождения;  $f$  — разрушающее;  $ip$  — в начале распространения трещины;  $ar$  — при остановке трещины;  $t$  — пороговое;  $p$  — при проверочном испытании;  $M$  — механическое;  $T$  — термическое;  $R$  — радиальное;  $\theta$  — тангенциальное;  
 $\Delta \sigma$  — амплитуда циклического напряжения;  
 $\sigma_{th}$  — теоретическая прочность связи;

- $\sigma^*$  — параметр формы;
- $\sigma_T$  — предел текучести;
- $\sigma_{yy}$  — напряжение в направлении оси  $y$ , нормальное к плоскости  $y$ ;
- $\dot{\sigma}$  — скорость изменения напряжения;
- $\tau$  — напряжение сдвига;
- $\tau_0$  — сопротивление (при сдвиге) кристаллической решетки движению дислокаций при 0 К;
- $\tau_A$  — атермическое сопротивление кристаллической решетки движению дислокаций;
- $\tau^*$  — эффективное напряжение сдвига;
- $\tau_0^*$  — эффективное напряжение сдвига при 0 К;
- $\tau_r$  — проекция касательного напряжения на направление скольжения;
- $(\tau_r)_c$  — проекция критического касательного напряжения на направление скольжения;
- $\bar{\tau}$  — среднее напряжение сдвига в плоскости скольжения;
- $\tau_p$  — напряжение Пайерлса;
- $\tau_{int}$  — прочность при межфазном сдвиге;
- $\tau_{in}$  — напряжение сдвига при возникновении трещины вследствие скопления дислокаций;
- $\tau_{pf}$  — напряжение сдвига при пластическом течении;
- $\Phi$  — угловой вектор;
- $\Phi_r$  — угол при вершине конической трещины;
- $\Phi_d$  — угловое отношение при проскальзывании по границам зерен;
- $\kappa$  — константа;
- $\kappa_f$  — константа со значением от 0 до 1;
- $\kappa_e$  — энергия, теряемая маятником;
- $\kappa_0$  — константа, связывающая предел текучести с концентрацией;
- $\psi$  — ориентационный фактор;
- $\psi_0$  — взаимодействие между тетрагональным дефектом и винтовой дислокацией;
- $\omega$  — константа;
- $\omega_0$  — константа, связывающая предел текучести с концентрацией примесей;
- $\omega_p$  — масса ударяющей частицы;
- $\omega(x/a)$  — член для подсчета  $K_I$  в поле переменных напряжений.

## ПРЕДИСЛОВИЕ К РУССКОМУ ИЗДАНИЮ

За последние 10 лет в Советском Союзе и за рубежом опубликовано большое количество статей, сборников и монографий, в которых сформулированы основные положения о предельных величинах прочности, механике разрушения твердых тел, уточнены представления о прочности пластичных металлов, осуществлен анализ большого числа работ в области армирования прочными волокнами различных материалов.

В то же время фундаментальных работ, посвященных использованию керамики в качестве конструкционных материалов, подвергающихся воздействию растягивающих напряжений, опубликовано мало. Имеются лишь обзоры<sup>1</sup>, в которых приведены разрозненные данные о причинах, вызывающих разрушение керамики, а также изложены некоторые положения, руководствуясь которыми можно в общих чертах составить представление о способах разработки конструкционных керамических материалов с заданными свойствами. Однако общих научных основ материаловедения, на базе которых возможно создание конструкционной керамики, необходимой для применения в конкретных условиях, до сих пор еще нет.

Книга А. Г. Эванса и Т. Г. Лэнгдона в значительной мере восполняет указанный пробел и дает направление, развитие которого может привести к созданию керамических конструкционных материалов, отвечающих современному уровню требований науки и техники, и позволит оценить возможности использования керамических конструкционных материалов в различных условиях.

Впервые в одной монографии систематизированы и обобщены сведения по широкому кругу вопросов, связанных со строением и свойствами керамических твердых тел (не только поликристаллических, но и монокристаллов) и стекол. Особое внимание уделено упрочнению. Все это представлено не только в виде феноменологического описания поведения керамики, но и осуществлено уточнение его механизмов упрочнения.

При оценке явлений, наблюдаемых при разрушении хрупких керамических материалов, авторы использовали совместно статистические модели Гриффитса и Вейбулла, что позволило им сформулировать основы прогнозирования долговечности керамических изделий на базе альтернативных функций (вероятности разрушения, «выживания» и т. д.).

Известно, что керамические материалы характеризуются высокой хрупкостью, т. е. низкой ударной прочностью. Эта особенность керамики подробно рассмотрена в книге; приведены неко-

<sup>1</sup> Например в книгах: «Разрушение», т. 7, ч. 1. Пер. с англ. Под ред. Ю. Н. Работникова, М., 1976; Стрелов К. К. «Структура и свойства огнеупоров». М., 1972; Андриевский Р. А. и др. «Прочность тугоплавких соединений». М., 1974; Перас А., Даукнис В. «Прочность огнеупорной керамики и методы ее исследования». Вильнюс, 1977.

торые рекомендации по сохранению преимуществ керамики при преодолении ее хрупкости. Прогнозирование разрушения керамических материалов представлено в книге в меньшем объеме и носит в основном теоретический характер, но, несмотря на это, она представляет большой интерес, особенно для специалистов, работающих в области физики твердого тела, материаловедов и конструкторов.

Особое достоинство книги состоит в том, что в ней изложены основы системного подхода к проектированию конструкционных керамических материалов и изделий. Эта часть книги интересна для конструкторов и специалистов в области технологии керамики и в целом для всех материаловедов.

В первой части книги систематизированы основные сведения о механике разрушения керамики и дана оценка критического коэффициента интенсивности напряжения и влияния на него дефектности материала. Представлены теоретические основы пластического течения и, в частности, монокристаллов и поликристаллических материалов в тесной связи с дефектами материала, отклонением от стехиометрического соотношения, размерами зерен и присутствием примесей. И наконец, даны рекомендации по применению теоретических положений при разработке керамических материалов.

Во второй части книги приведена оценка материалов по различным свойствам при медленном росте трещин под действием термических и механических напряжений, отмечены статистические колебания прочности при ударе летящими частицами, представлены обширные материалы по ползучести и установлена взаимосвязь с различными факторами (размер зерен, напряжение, температура, пористость, примеси) и для различных материалов.

В третьей части книги предлагаются основные предпосылки, позволяющие осуществлять прогнозирование разрушения керамических материалов, рассмотрены методы проверочных испытаний.

К сожалению, в книге мало ссылок на работы советских специалистов. Приводимые авторами ссылки недостаточно освещают состояние вопроса в СССР.

Несмотря на это, книга А. Г. Эванса и Т. Г. Лэнгдона, безусловно, должна быть весьма полезной для широкого круга читателей, специализирующихся в области физики твердого тела, технологии производства керамики и огнеупоров, авиационной и ракетной техники, машиностроения, энергетики и других отраслей науки и техники.

*А. С. Власов*



В качестве конструкционных материалов используют главным образом металлы; керамические материалы редко применяют там, где они могут подвергаться растягивающим напряжениям. Однако некоторые керамические материалы имеют уникальное сочетание свойств, которые весьма важны для конструкционных материалов. Например, карбид кремния сохраняет свою прочность при температурах выше  $1400^{\circ}\text{C}$  и исключительно устойчив к окислению. Основной причиной, ограничивающей использование керамики в качестве конструкционного материала, является сочетание неблагоприятных физических свойств: хрупкости, низкой прочности и склонности к разрушению под действием термического удара. В последние годы разработали новое поколение керамических материалов, благодаря которым было преодолено традиционное предубеждение против использования керамики как конструкционного материала, например, в качестве деталей высокотемпературных газовых турбин.

Цель данной работы состоит в том, чтобы изложить научные основы как создания конструкционной керамики, так и оценки работы керамики при их специфическом конструкционном применении.

Опытным путем было установлено, что при соответствующем подходе к проектированию можно внедрить керамические компоненты в некоторые устройства, не опасаясь катастрофически быстрого разрушения<sup>1</sup>. Успешное применение конструкционной керамики возможно при условии глубокого понимания факторов, определяющих прочность, детальной оценки рабочих характеристик материалов, — что позволит вести проектирование на основе наиболее важных свойств материала, — и разработки методик эффективного прогнозирования выхода изделия из строя.

Общая схема, принятая при проектировании керамических устройств, представлена на рис. 1. В ней выделяют четыре основные части: разработку материалов, их оценку, проектирование изделия и прогнозирование его разрушения.

Два существующих подхода к разработке материалов рассмотрены в части 1 настоящей работы:

1. Надежность деталей, подвергающихся значительным повторным ударам или резким термическим циклам, лучше всего обеспечивается при использовании высоковязкой керамики. Этот тип керамики может быть получен либо приданием ей пластичности, либо введением в ее состав соответствующих материалов

<sup>1</sup> McLean A. F., Fisher E. and Bratton R. J. Brittle materials design, high temperature gas turbine, ARPA report AMMRC-73-9 (March 1973); Godfrey D. J. and Taylor P. G. Eng. Mater. Design, 1339, Sept. 1969.

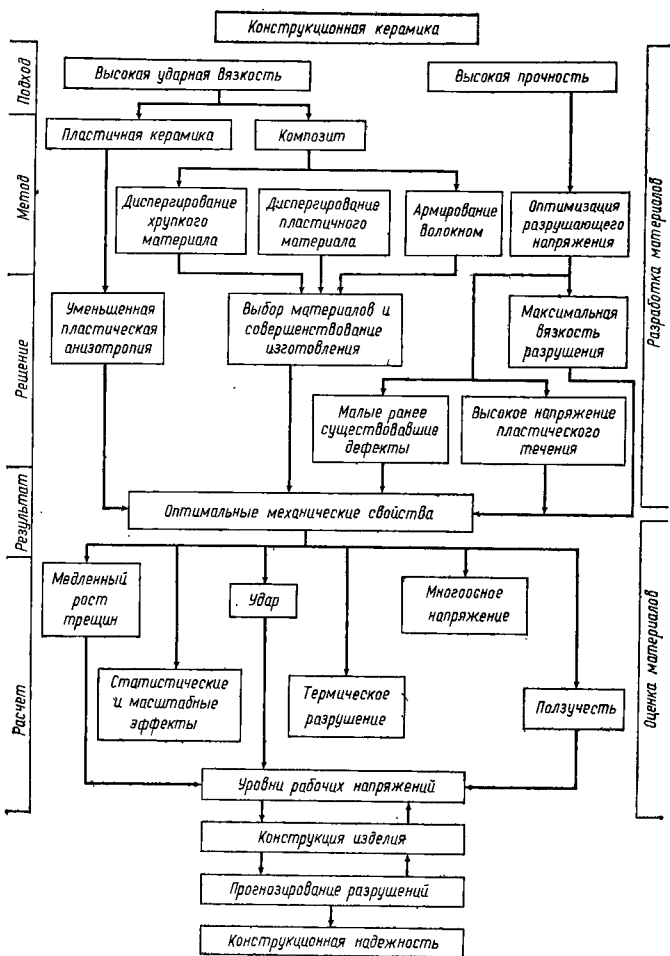


Рис. 1. Схема проектирования керамических устройств

второй фазы, например волокон диспергированных металлов.

2. В тех случаях, когда на изделие действуют длительные механические или более умеренные термические нагрузки, требуется керамика с максимально возможной прочностью при растяжении. Такую керамику можно получить, если удастся максимально увеличить напряжение, вызывающее расширение наиболее опасных ранее существовавших дефектов в материале, при одновременном сохранении высокого предела текучести.

Подходы к оценке материалов и прогнозированию срока службы в основном одинаковы как для высоковязкой, так и для

высокопрочной керамики. Для оценки материалов необходимо знать факторы, снижающие длительную прочность детали (удары, медленный рост трещин, ползучесть, многоосные напряжения и статистические эффекты). Это достигается сочетанием анализа, разработки математических моделей, методик описания распространения и остановки трещин и т. д. (см. часть 2).

В части 3 рассмотрены эффективные схемы прогнозирования разрушения, которые основаны главным образом на разработке методов неразрушающего контроля деталей.

Методы проектирования конструкционной керамики в работе не рассмотрены.

## РАЗРАБОТКА МАТЕРИАЛОВ

Быстрое разрушение керамических материалов может происходить, по крайней мере, в трех режимах [1] (рис. 2). При низких температурах (участок I) разрушение хрупкое и происходит вследствие расширения ранее существовавших дефектов; при

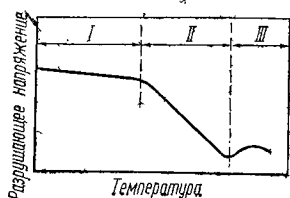


Рис. 2. Схема температурной зависимости разрушающего напряжения:

I — разрушение, регулируемое распространением трещины; II — хрупкое разрушение; III — вязкое разрушение

промежуточных температурах (участок II) разрушение вызывается или облегчается пластическим течением и является хрупким или полухрупким; при высоких температурах (участок III) разрушение пластичное и происходит после значительной пластической деформации. Преобладающие явления при режимах хрупкого разрушения и пластического течения обсуждены в первом и втором разделах этой части. За быстрым распространением трещины, особенно в условиях кратковременных нагрузок, например механического или термического удара, может следовать остановка трещины. Этот процесс при-

водит к деградации прочности, которая характеризуется критерием остановки трещины. Степень деградации прочности представляет собой важный конструкционный показатель, который рассматривается в третьем разделе в связи с явлением остановки трещины.

И наконец, в четвертом разделе теоретические представления о деформации, быстром разрушении и остановке трещины используются для оценки возможности разработки керамических материалов с высокими прочностью или ударной вязкостью.

### 1.1. РАЗРУШЕНИЕ, ВЫЗЫВАЕМОЕ РАНЕЕ СУЩЕСТВОВАВШИМИ ДЕФЕКТАМИ

#### 1.1.1. УСЛОВИЕ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТРЕЩИНЫ

*Интенсивность напряжений на кончике трещины*

Напряжение  $\sigma_{if}$  около небольшой внутренней трещины длиной  $2a$  в бесконечном теле, к которому на некотором удалении от трещины приложено растягивающее напряжение  $\sigma_a$  (рис. 3), определяется уравнением [2]

$$\sigma_{if} = (\sigma_a \sqrt{a/\sqrt{2r}}) f(\theta), \quad (1.1)$$

где  $r$  — расстояние от кончика трещины ( $r \ll a$ ), а  $f(\theta)$  — некоторая функция угла  $\theta$ ; например, напряжения, перпендикулярные к плоскости трещины, составляют

$$\sigma_{yy} = \frac{\sigma_a \sqrt{a}}{\sqrt{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right].$$

Это выражение применимо только для области линейной упругости и, следовательно, не может быть использовано непосредственно у кончика трещины, где  $r \rightarrow 0$ . Около кончика трещины поле напряжений с хорошим приближением рассчитывают по соотношению [3]

$$\sigma_{ij} = (\sigma_a \sqrt{2a} / \sqrt{r^* + 4r}) f(0). \quad (1.2)$$

Смещения у кончика трещины ( $u$ ) задают сходной серией уравнений [2]:

$$u = \sigma_a / \sqrt{a(r/2)} f'(\theta) / 2E. \quad (1.3)$$

Из этих уравнений ясно, что интенсификация напряжения в любой точке ( $r, \theta$ ) вблизи кончика трещины определяется величиной  $\sigma_a \sqrt{a}$ . Исходя из этого, можно ввести понятие коэффициента интенсивности напряжения ( $K$ ) у кончика трещины. Для небольшой внутренней трещины в растянутом теле

$$K = \sigma_a \sqrt{\pi a} \quad (1.4)$$

или в общем виде

$$K = \sigma_a Y \sqrt{a}, \quad (1.5)$$

где  $Y$  — числовая константа, зависящая от геометрии нагрузки, конфигурации трещины и т. д. Значения  $Y$ , определенные с помощью анализа напряжений для широкого диапазона конфигураций трещины и геометрий нагрузки, приведены в части 3.

Исследования распространения трещины в керамических материалах проведены главным образом для случая ее отрыва (тип I); случаи сдвига трещины (типы II и III) исследованы в общих чертах. Поэтому обсудим только тип I распространения трещин, при этом коэффициент интенсивности напряжения у кончика трещины обозначим через  $K_I$ .

Предположим, что разрушение в хрупком материале происходит, когда смещение в некотором месте вблизи или у кончика трещины достигает критического значения (возможно, смещения с разрывом связей). Тогда, приравнявая  $u$  в уравнении (1.3) к критическому смещению  $u_c$  на некотором расстоянии  $r_0$  от кончика трещины, находим, что распространение трещины должно происходить при определенном значении  $K_I$ . Это критическое значение  $K_I$  обозначим через  $K_{Ic}$ . Если верно предположение, что разрушение происходит при критическом смещении, то величина  $K_{Ic}$  зависит от  $u_c$  и  $r_0$  и не зависит от длины трещины и геометрии испытываемого образца, т. е.  $K_{Ic}$  является параметром материала. Измерения критического коэффициента интенсивности напряжения хрупких материалов подтверждают, что  $K_{Ic}$  действительно

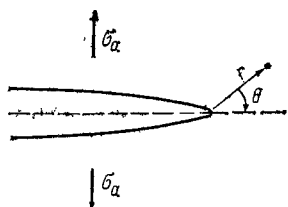


Рис. 3. Схема сквозной трещины в бесконечном твердом теле

параметр материала, и в этом заключается его основополагающее значение для описания процесса разрушения.

В данной работе при оценке распространения трещины использовали коэффициент  $K_{Ic}$ . Однако могут быть использованы и другие принципы анализа: по смещению кончика трещины и по интенсивности выделения энергии (термодинамический)<sup>1</sup>.

### *Смещение кончика трещины (СКТ)*

Метод оценки распространения трещины по СКТ применим к материалам, которые имеют значительную пластичность. При этом считают, что разрушение происходит, когда пластическое смещение у кончика трещины достигает критической величины. СКТ зависит от предела пластической текучести  $\sigma_T$  [3, 5] и выражается соотношением

$$(СКТ) = \beta^0 \sigma_T r_p^* / E, \quad (1.6)$$

где  $2 < \beta^0 < 4$ .

Радиус пластичной зоны зависит от  $\sigma_T$  и  $K_{Ic}$ :

$$r_p^* \approx (1/3\pi) (K_{Ic}/\sigma_T)^2. \quad (1.7)$$

Подстановка  $r_p^*$  в уравнение (1.6) дает для критического условия

$$(СКТ)_c \approx (4/3\pi E) \sigma_T (K_{Ic}/\sigma_T)^2 \quad (1.8)$$

и, следовательно, для данного материала (при постоянном  $\sigma_T$ ) критическая величина  $СКТ_c$  эквивалентна коэффициенту  $K_{Ic}$ , и обе эти величины являются параметрами материала. Поэтому оба метода равноценны.

### *Интенсивность выделения энергии*

При анализе распространения трещины по методу Ирвина [6] величину интенсивности выделения энергии  $\Xi$  определяют как отнесенную к единице площади поверхности трещины энергию, которая затрачивается на расширение трещины. Из первого закона термодинамики

$$dW = dE^0 + dQ^0 \quad (1.9)$$

следует, что при адиабатическом распространении трещины величина  $\Xi$  определяется внешней работой и энергией деформации:

$$\Xi = (dW/dA_{cr}) - (dU/dA_{cr}). \quad (1.10)$$

Поэтому полученная величина  $\Xi$  не позволяет судить о составляющих энергии, затрачиваемой на расширение трещины (поверхностной энергии, энергии пластической деформации и др.).

<sup>1</sup> Следует обратить внимание на недавно постулированный подход, основанный на плотности энергии деформации. Он кратко обсуждается в части II в связи с эффектами многоосного напряжения.

Для нахождения соотношения между  $\Xi$  и  $K$  рассматривают силы, необходимые для сокращения длины напряженной трещины на величину  $\Delta x$  от ее кончика (рис. 4). Эти силы должны быть равны и противоположны силам, которые определяются полем напряжений перед закрытой трещиной [уравнение (1.1)]. Расстояние, которое необходимо преодолеть этим силам, чтобы закрыть трещину, находят по смещению  $u$  для открытой трещины [уравнение (1.3)]. Изменение энергии деформации системы при закрытии трещины при условии, что захваты испытательной машины неподвижны ( $dW = 0$ ), вычисляют по величине локальной работы, т. е. по произведению сил на смещения. Следовательно, при распространении трещины отрыва

$$\Xi_1 \equiv - \frac{dU}{dA_{cr}} = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \left( \frac{2}{\Delta x} \right) \int_0^{\Delta x} \frac{\sigma_{yy}}{2} u \, dx. \quad (1.11)$$

Подстановка  $\sigma_{yy}$  и  $u$  соответственно из уравнений (1.1) и (1.3) и интегрирование дают

$$\Xi_1 = [(1 - \nu^2)/E] K_1^2. \quad (1.12)$$

Таким образом,  $\Xi_{1c}$  — критическая величина  $\Xi_1$ , однозначно связана с  $K_{1c}$ , а энергетический подход может использоваться наравне с методом, основанным на коэффициенте интенсивности напряжения.

Трудности появляются при попытке сведения полного термодинамического баланса энергии. Основная проблема при применении первого закона термодинамики к распространению трещины состоит в том, что  $dE^\circ$  и  $dQ^\circ$  не являются хорошо определяемыми величинами, хотя известно, что для керамических материалов при их быстром разрушении (адиабатические условия)  $dQ^\circ \approx 0$ . Вклады энергии деформации, поверхностной энергии, пластической работы (если она происходит) и т. д. в  $dE^\circ$  (во время приращение длины трещины) являются вполне определенными величинами, тогда как вклады от изменений тепловой, акустической энергии, проявляющейся в виде акустической эмиссии (см. часть 3) и т. д., неизвестны. Определим поэтому эмпирическую «поверхностную энергию разрушения»  $\Gamma_i$  (так же, как Ирвин определял  $\Xi_1$ :  $\Gamma_i \equiv \Xi_{1c}$ ) как отнесенную к единице площади поверхности разрушения сумму всех видов энергии, рассеиваемой во время распространения трещины. Тогда по первому закону термодинамики для центральной сквозной трещины при адиабатических условиях имеет место соотношение

$$\frac{d}{da} \left( \frac{\sigma^2 Y^2 a^2}{E} \right) = \frac{d}{da} (4\Gamma_i a), \quad (1.13)$$

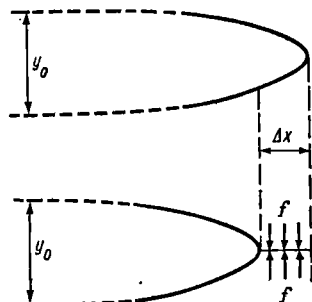


Рис. 4. Схема сокращения длины трещины на величину  $\Delta x$  под действием сил  $f$

которое после дифференцирования дает видоизмененное уравнение Гриффитса

$$\sigma_f = (1/Y)(2E\Gamma_i/a)^{1/2}. \quad (1.14)$$

Параметр  $\Gamma_i$  можно для удобства разделить на известные компоненты следующим образом [7]:

$$\Gamma_i = \psi\Gamma_0 + \Gamma_p + \Gamma_a, \quad (1.15)$$

где  $\psi$  — ориентационный фактор, который зависит от ориентации плоскости разрушения [3, 8];  $\Gamma_p$  — отнесенная к единице площади энергия, рассеиваемая при пластической деформации (эквивалентная пластической работе);  $\Gamma_0$  — термодинамическая поверхностная энергия<sup>1</sup>;  $\Gamma_a$  — неизвестная величина, связанная с термической и другими видами энергии, выделяемой на единице площади.

Величина  $\Gamma_a$  не определялась даже теоретически для идеально хрупких материалов, поскольку соотношение между смещением, приводящим к разрыву связи (которое определяет условие распространения трещины), и поверхностной энергией недостаточно изучено для реальных конфигураций атомов. Приблизительные соотношения между  $u_c$  и  $\Gamma_0$  могут быть использованы для того, чтобы показать, что условие разрыва связи в первом приближении эквивалентно условию, по которому изменение энергии деформации достаточно велико, чтобы обеспечить энергию, необходимую для создания новой поверхности, т. е.  $\Gamma_a \approx 0$ . Но это не исключает того, что при условии разрыва связи во многих реальных структурах имеется избыток энергии деформации. Возможно, наиболее убедительное доказательство существования избыточной энергии деформации и ее зависимости от структуры достигается сравнением измеренной величины «энергии разрушения»  $\Gamma_i$  с термодинамической поверхностной энергией  $\Gamma_0$ . Для некоторых материалов, особенно для ионных кристаллов [7, 10], найдено, что  $\Gamma_a \approx 0$ , т. е.  $\Gamma_i = \psi\Gamma_0 + \Gamma_p$ . Но у многих других материалов, например с ковалентными связями, вклад от  $\Gamma_a$ , по-видимому, значителен [11—13], т. е.  $\Gamma_i > \psi\Gamma_0 + \Gamma_p$ . Было высказано много предположений об этих различиях, однако существующее в настоящее время примитивное понимание этой проблемы еще не позволяет прийти к какому-либо серьезному заключению.

### 1.1.2. ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРИИ К РАЗРАБОТКЕ МАТЕРИАЛОВ

Механика разрушения при правильном ее применении может быть дополнительно использована в двух направлениях: для оптимизации  $K_{Ic}$  путем исследования зависимости условий критического

<sup>1</sup> Следует признать, что «термодинамическая» поверхностная энергия для поверхностей, вновь создаваемых процессом разрушения, является неясной величиной вследствие неизвестности состояния релаксации поверхностных атомов. Поэтому данную величину не всегда можно установить путем экстраполяции величин поверхностной энергии, полученных для жидкого состояния.



распространения трещины от микроструктуры или для установления дефектов, вызывающих разрушение, путем сравнения расчетных размеров дефектов (найденных по  $K_{Ic}$  и разрушающему напряжению) с дефектами, наблюдаемыми под микроскопом. В таком случае может быть достигнуто повышение прочности путем введения технологического контроля с целью снижения размера наибольших дефектов и поддержания величины  $K_{Ic}$  на оптимальном уровне. Такой подход может быть особенно успешным при разработке новых материалов, как будет показано на двух примерах в следующем разделе.

Эффективное использование механики разрушения для разработки материалов требует, таким образом, оценки: а) факторов, определяющих величину критического коэффициента интенсивности напряжения  $K_{Ic}$  и его зависимость от микроструктуры, и б) соотношений, регулирующих растягивающие напряжения, для дефектов, вызывающих разрушение и обычно наблюдаемых в керамических материалах.

*Критический коэффициент интенсивности напряжения*  
*Атомистические представления.* В идеальном случае предполагается, что теоретическое понимание процессов, влияющих на величину  $K_{Ic}$ , позволит прогнозировать микроструктуры с оптимальным коэффициентом интенсивности напряжения. К сожалению, как отмечалось выше, современное понимание условий, контролирующих расширение трещины, слишком элементарно для того, чтобы делать такие предсказания. Однако важно обобщить существующие представления с тем, чтобы выявить наиболее перспективное направление для дальнейших исследований процесса разрушения.

В принципе для расчета условий разрушения требуется знать: а) соотношение между приложенным напряжением и напряжением в области нелинейной упругости вблизи кончика трещины, где  $r$  в уравнении (1.1) стремится к нулю; б) величину смещения, приводящего к разрыву связи. Оба пункта включают в себя громоздкие расчеты, детали которых зависят от атомной структуры (тип связи, расположение атомов и т. д.). Были сделаны попытки рассчитать одну или обе эти характеристики для сравнительно простых структур — каменной соли [14] (ионная) с о. ц. к. решеткой [15] (металлическая) и кремния [16] (ковалентная), принимая для проведения расчетов стандартные потенциалы взаимодействия. Эти попытки, несмотря на высокое качество расчетов, были неудачными, если судить по вытекавшим из них прогнозам разрушения. В ближайшие несколько лет, несомненно последуют усовершенствования, и есть надежда, что в конце концов будет разработана рациональная методика проведения прогнозирующих расчетов.

Еще одна сложность при проведении прогнозирующих расчетов связана с ролью пластичности у кончика трещины. Расчеты Райса

и Томсона [17] дают возможность предполагать, что в большинстве керамических материалов дислокации не испускаются с кончиков трещин и затупления трещины обычно не происходит. Поэтому, когда активность дислокаций действительно сопровождается распространением трещины, дислокации испускаются из ранее существовавших источников вблизи плоскости трещины; обычно они действуют так, что уменьшают напряжения у кончика трещины, однако кончик трещины остается острым. Такое сохранение остроты кончика трещины должно упростить расчеты влияния пластичности на напряжение при распространении трещины, но это все еще остается трудоемкой задачей, и попыток решить ее пока не было. Изучалась аналогичная проблема пластической работы, затрачиваемой дислокациями в пластичной зоне кончика трещины  $\Gamma_p$ , однако были выполнены только расчеты работы, сделанной при наблюдаемой конфигурации дислокаций [7]. Прогнозирование степени вероятной активности дислокаций и ее влияния на напряжения у кончика трещины все еще не было проведено. Усилия в этой области, очевидно, принесли бы ценную информацию.

Наконец, отмечено интересное следствие, вытекающее из расчетов по кончику трещины, основанных на представлении о дискретных атомных структурах [18, 19] (в отличие от обычных расчетов для непрерывной среды). Оно заключается в том, что существует «торможение кристаллической решеткой», т. е. закрытие трещины начинается при коэффициенте интенсивности напряжения  $K_R$ , который значительно ниже коэффициента  $K_{Ic}$  (разница зависит от ширины когезионной области у кончика трещины). В диапазоне интенсивности напряжения  $K_R \rightarrow K_{Ic}$  трещина устойчива.

*Влияние микроструктуры.* Основными характеристиками микроструктуры поликристаллической керамики являются размер и морфология зерна, размер и морфология пор и распределение примесей. Проведено слишком мало систематических исследований влияния микроструктуры на  $K_{Ic}$  для того, чтобы сделать последовательное заключение об их взаимосвязи. Однако намечаются определенные тенденции исследований, которые могут привести к большей ясности.

Влияние пористости будет рассмотрено в первую очередь, потому что ее воздействие не вызывает сомнения. Грубая межзеренная пористость оказывает сравнительно малое влияние на  $K_{Ic}$ , в основном стремясь понизить его. Ясно, что этот вид пористости, как правило, не задерживает движение трещины, так как поры имеют заострения на границах зерен (см. раздел 1.1.2) с конфигурациями кончиков, весьма сходными с конфигурацией кончика первичной острой трещины. Поэтому ожидается, что  $K_{Ic}$  уменьшится на величину, определяемую взаимодействием трещин. Однако строгий расчет этого эффекта является весьма сложной проблемой и до настоящего времени не был осуществлен.

С другой стороны, сферическая пористость, например внутризеренные поры, могла бы задержать движение трещины посредством ее локального затупления в местах, где трещина пересекает пору [20]. Трещина изгибается между соседними порами и  $K_{Ic}$  определяется напряжением, необходимым трещине для распространения между порами. Напряжение, необходимое для распространения трещины между непроницаемыми препятствиями (которое в первом приближении является функцией размера препятствий и расстояний между ними [21]), должно дать примерную верхнюю границу<sup>1</sup> влияния сферических пор на  $K_{Ic}$ . Возрастание  $K_{Ic}$  благодаря сферической пористости подтверждается опытами с  $Al_2O_3$ , но сам эффект, по-видимому, довольно мал.

Более сомнительным является влияние размера зерна. Получены данные, согласно которым  $K_{Ic}$  растет с увеличением размера зерна [23], уменьшается с увеличением размера зерна [24] и не зависит от размера зерна [25, 26]. Единственным частично совпадающим аспектом этих определений, по-видимому, является связь между  $K_{Ic}$  и типом разрушения. Изменения размера зерна, которые увеличивают долю транскристаллического разрушения, часто также увеличивают  $K_{Ic}$ . Таким образом, преждевременно утверждать, оказывает ли размер зерна непосредственное влияние на  $K_{Ic}$  или более важную роль играют колебания в распределении примесей, связи между зернами и т. д.<sup>2</sup>

Лучше освещена роль морфологии зерна. Некоторые виды поликристаллической керамики с необычно большими критическими коэффициентами интенсивности напряжения содержат много зерен с высоким отношением длины к ширине, например некоторые виды горячепрессованного нитрида кремния [27] ( $K_{Ic} = 4,9 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ) и керамики из оксида алюминия [28] ( $K_{Ic} = 5,2 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ). Логично предположить, что эти удлиненные зерна могли бы эффективно влиять на  $K_{Ic}$ , если прочность границ раздела относительно низка. Тогда растрескивание вдоль границ раздела (или «вытягивание») могло бы увеличить  $K_{Ic}$ , подобно тому как короткие волокна увеличивают вязкость разрушения волокнистых композитов (см. раздел 1.4.2).

Другими характеристиками, влияющими на поверхностную энергию разрушения, являются примеси, вторые фазы, преобразованные фазы и т. д. Их влияние часто может доминировать. Например, примеси в керамике стремятся предпочтительно сегрегировать на границах зерен. Это часто облегчает межкристаллическое разрушение, тем самым снижая  $K_{Ic}$  (в действительности многие из наблюдаемых изменений  $K_{Ic}$ , возможно, связаны с при-

<sup>1</sup> Эта граница действительно верхняя, так как пора не служит непроницаемым препятствием, а эффективный блокирующий диаметр является неопределенным и, несомненно, будет значительно меньше полного диаметра.

<sup>2</sup> По данным работы [319], можно предположить, что в отсутствие обширного вторичного образования микротрещин не должно быть непосредственного влияния размера зерна на  $K_{Ic}$ .

месями, включая некоторые кажущиеся эффекты размера зерен). Вторые фазы часто также могут оказывать большое влияние на  $K_{Ic}$ . Для керамических материалов, применяемых как конструкционные, наиболее значительный эффект имеет место тогда, когда вторая фаза задерживает распространение трещины. В этом случае вторая фаза должна эффективно повышать  $K_{Ic}$  (см. раздел 1.4.2). Наконец, в многофазных материалах могут создаваться большие местные деформации, которые приводят к обширному образованию микротрещин в зоне растяжения перед первичной трещиной [29]. Этот процесс может сопровождаться значительным, вплоть до двукратного, ростом  $K_{Ic}$  [30].

Таким образом, при существующем уровне наших знаний могут быть сделаны некоторые предварительные выводы. Желательно иметь удлиненные зерна, возможно, в сочетании с относительно слабыми границами раздела. Полезно любое изменение микроструктуры, которое увеличивает долю транскристаллического разрушения (такое изменение может быть обусловлено влиянием примесей, хотя здесь также важна и связь между зернами). Значительная концентрация сферической пористости вдоль пути разрушения могла бы увеличить  $K_{Ic}$ . Подобно этому, вторые фазы, которые эффективно замедляют распространение трещин, будут полезны при условии, если их можно вводить в значительных количествах. И наконец, вредна межкристаллическая пористость.

Влияние размера дефектов. Прежде чем применять механику разрушения для расчетов по распространению дефекта, следует убедиться, что критический коэффициент интенсивности напряжения для распространения сравнительно малых дефектов, контролирующих прочность  $(K_{Ic})_p$ , приближается к вышеупомянутой величине  $(K_{Ic})_g$ , которую измеряют на принятых в механике разрушения образцах, содержащих большие сквозные трещины (см. часть 3). Существует много условий, которые могли бы нарушить соответствие между  $(K_{Ic})_p$  для малых дефектов и  $(K_{Ic})_g$ . Эти условия представлены сначала как основа для обсуждения:

1. Вязкость разрушения монокристалла (или границы зерна) значительно меньше величины, измеренной для поликристаллов. Дефекты, меньшие, чем размер зерна, таким образом, будут распространяться до первой межзеренной границы, когда критический коэффициент интенсивности напряжения достигнет значения, соответствующего монокристаллу. Для дальнейшего распространения через соседние границы зерен ( $\sim 4$ )  $K_{Ic}$  должен увеличиться (рис. 5). В конце концов, он будет возрастать до значения  $(K_{Ic})_g$ , измеренного для большой сквозной трещины. Необходимое число зерен у фронта трещины установлено. Недостающее связующее звено между этими данными состоит в том, каким образом  $(K_{Ic})_p$  достигает  $(K_{Ic})_g$ , а это не было определено из-за трудностей в измерениях подобного рода. Опыты, проведенные с бикристаллами и грубозернистыми поликристаллами кубических материалов, могли бы разрешить эту неопределенность.

2. В упруго или термически анизотропных материалах по соседству с границами зерен будут развиваться внутренние деформации (сравните с рассматриваемыми ниже напряжениями вокруг включений), и эти деформации будут локально понижать напряжение, необходимое для распространения трещины по первому зерну. Маловероятно, однако, что число зерен на фронте трещины, необходимое, чтобы уравнять  $(K_{Ic})_p$  и  $(K_{Ic})_g$ , сильно отличалось бы от случая изотропии, поскольку взаимная ориентация зерен практически одна и та же.

3. При медленном росте трещин субкритическое расширение для малых дефектов относительно больше (по сравнению с исходным размером), чем для больших [31]. В таком случае значение  $K_I$ , рассчитанное по разрушающему напряжению и исходному размеру дефектов, меньше для небольших дефектов. Однако медленный рост трещин может быть выявлен и проанализирован с использованием недавно разработанных методик (см. часть 2) и, следовательно, субкритическое распространение трещин может быть включено в расчеты размеров дефектов. Поэтому данные соображения не ограничивают применимости методов механики разрушения к малым дефектам.

4. При наличии микроструктурных неоднородностей, влияющих на  $K_{Ic}$ , фронт трещины должен быть достаточно велик, чтобы пересекать несколько таких неоднородностей, так что распространение трещины будет аналогично распространению большой сквозной трещины. Например, дисперсии второй фазы могут влиять на  $K_{Ic}$  в зависимости от диаметра и расстояния между препятствиями и от проницаемости препятствий (см. раздел 1.4.2). Для препятствий с низкой проницаемостью (таких как хорошо связанные частицы с большой разрушающей деформацией [32]) их влияние на  $K_{Ic}$  может быть большим, и будет существовать большая разница между  $(K_{Ic})_g$  и  $(K_{Ic})_p$  для дефектов, скажем, меньших трехкратного расстояния между препятствиями. В то же время влияние препятствий с высокой проницаемостью (таких как грубая межзеренная пористость) невелико и упомянутые ограничения по размеру дефекта не связаны с размером препятствий и расстоянием между ними.

5. При повышенных температурах, когда при напряжениях, сравнимых с разрушающим напряжением, может происходить пластическое течение, имеются два принципиальных источника

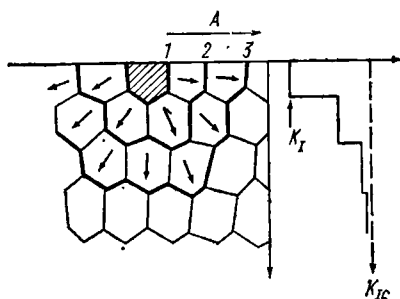


Рис. 5. Влияние размера дефекта на  $K_I$  при распространении трещины ( $K_{Ic}$  для поликристалла,  $K_I$  для монокристалла):  $A$  — последовательные положения фронта трещины

расхождения между  $(K_{Ic})_p$  для малых дефектов и  $(K_{Ic})_g$ : а) пластическая зона около небольших дефектов может взаимодействовать с поверхностью<sup>1</sup> [33]; б) субкритическое распространение может происходить вследствие образования дефектов в пластической зоне [34], а это будет приводить к расхождениям, если размер дефектов, вызванных пластичностью, сравним с размером ранее существовавших дефектов.

6. Маловероятно, чтобы ранее существовавшие дефекты, такие как включения и поры, имели конфигурацию кончика трещины, эквивалентную острым трещинам, используемым для измерения  $K_{Ic}$ . Высказывались предположения [1] о механизме образования острых трещин из относительно тупых исходных дефектов при низких уровнях напряжения, но эти предположения носят в основном качественный характер и могут быть подтверждены только экспериментом.

7. На распространение трещины в матрице в непосредственной близости от включений могут влиять химические реакции между включением и матрицей (или взаимодиффузия) [35].

Очевидно, что теоретическая разработка моделей распространения малых дефектов весьма ограничена. Поэтому необходимо полагаться главным образом на экспериментальные соотношения (с помощью имеющихся теоретических моделей могут быть количественно учтены только расхождения из-за медленного роста трещин и микроструктурных неоднородностей). Следует отметить, что  $(K_{Ic})_p$  может быть больше  $(K_{Ic})_g$ , только если ранее существовавшие дефекты не переходят быстро в острые трещины перед разрушением, как описано в пункте 6. Величины  $(K_{Ic})_p$  могут быть меньше  $(K_{Ic})_g$  в соответствии с положениями пунктов 1, 2, 3 или 7.

Для того чтобы сопоставить эмпирическое значение  $(K_{Ic})_p$  с  $(K_{Ic})_g$ , необходимо точно знать влияние конфигурации дефекта на коэффициент интенсивности напряжения, т. е.  $Y$  в уравнении (1.5). Дальнейшее обсуждение влияния размера дефекта будет проведено после того, как будет обсуждена проблема конфигурации дефекта.

### *Влияние конфигурации дефекта на $K_I$*

*Изолированные дефекты.* Как правило, дефекты, вызывающие разрушение, в керамике намного меньше толщины изделия. Следовательно, влияние формы дефекта можно обсуждать, не принимая во внимание дополнительных осложнений, привносимых многограничными взаимодействиями. Простейшим дефектом является плоская эллиптическая трещина. Коэффициент интен-

---

<sup>1</sup> Это наблюдали на поликристаллическом  $MgO$ , где  $K_I < K_{Ic}$  для дефектов длиной  $< 10G$  ( $G$  — размер зерна).

сивности напряжения для этого типа дефекта был рассчитан Ирвиным [36]:

$$K_I = \frac{\sigma (\pi a)^{1/2} [\sin^2 \Phi + (a^2/c^2) \cos^2 \Phi]^{1/4}}{\int_0^{\pi/2} \{1 - [(c^2 - a^2)/c^2] \sin^2 \theta\}^{1/2} d\theta} \equiv \frac{\sigma \sqrt{\pi a}}{Z}, \quad (1.16)$$

где  $a$  и  $c$  — полуоси эллипса, а  $\Phi$  и  $\theta$  — углы, определяемые по рис. 6. Данное решение непосредственно применимо к плоским трещинам, таким как поверхностные трещины, возникающие

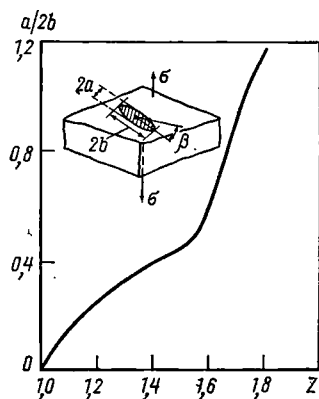


Рис. 6. Плоская эллиптическая трещина и значения параметра морфологии дефекта ( $Z$  — параметр формы дефекта).

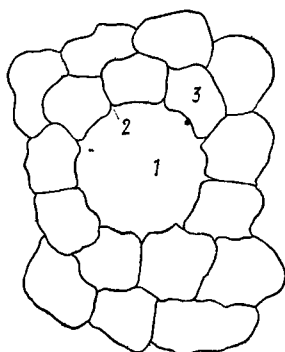


Рис. 7. Схема большой поры, показывающая выступы на границе зерен:  
1 — пора; 2 — выступ; 3 — зерно

в результате механической обработки, но не подходит для более типичных трехмерных дефектов, например включений, пор, поверхностных сколов. Эти дефекты обычно содержат острые выступы, исходящие из тех мест, где они пересекают границу зерен (рис. 7), а максимальное растягивающее напряжение обычно возникает в выступах, перпендикулярных к приложенному растягивающему напряжению. Следовательно, эквивалентной конфигурацией дефекта для анализа напряжений является эллипсоид с узкой кольцевой трещиной по диаметру (рис. 8). Авторы не убеждены в полноте решения, однако имеются некоторые эквивалентные двумерные решения (например, для цилиндрических сквозных дефектов с радиальными трещинами), которые показывают, и к тому же весьма эффективно, важные параметры дефектов [26].

Для общего случая присутствия в матрице включения с небольшими трещинами на поверхности раздела в качестве источников разрушения исходное условие распространения трещин,

находящихся на поверхности раздела<sup>1</sup>, определяется термическими и упругими свойствами включения и матрицы [37]. Разница температурных коэффициентов линейного расширения  $\alpha$  включения и матрицы приводит к большим термическим напряжениям  $\sigma_T$  на межфазной границе, которые возникают при охлаждении от температуры изготовления. Кроме того, когда к телу прикладывается напряжение, разница модулей сдвига  $\mu$  включения и матрицы приводит к механическим напряжениям  $\sigma_M$  на поверхности раздела. Эти напряжения определяют характер распростра-

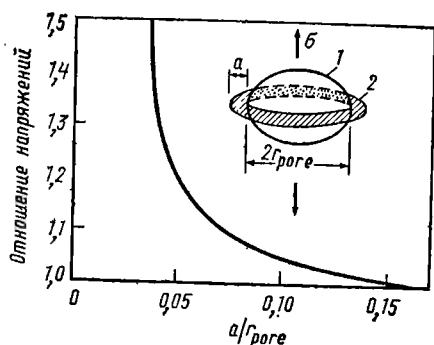


Рис. 8. Эллипсоидная полость с кольцевой трещиной и распределение напряжений для радиальной трещины, исходящей из цилиндрического отверстия: 1 — эллипсоидная полость; 2 — кольцевая трещина

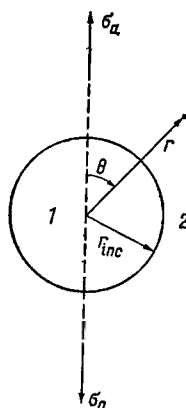


Рис. 9. Координатная система, использованная для определения напряжений в матрице (2) около включения (1)

нения трещины поверхности раздела, что в свою очередь показывает, является ли включение источником разрушения. Величина напряжений в матрице для простого цилиндрического включения (рис. 9) определяется следующими уравнениями:

$$(\sigma_T)_r = \frac{(\alpha_i - \alpha_m) \Delta T}{(1 + \nu_m)/2E_m + (1 - 2\nu_i)/E_i} \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^3 \equiv -\beta^* \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^3; \quad (1.17)$$

$$(\sigma_T)_\theta = (\beta^*/2) (r_{inc}/r)^3; \quad (1.18)$$

$$(\sigma_M)_r = \frac{\sigma_a}{2} (1 + \cos 2\theta) + 2\sigma_a \left\{ -\xi_1 \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^2 + \right. \\ \left. + \xi_2 \left[ 3 \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^4 - 4 \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^2 \right] \cos 2\theta \right\}; \quad (1.19)$$

$$(\sigma_M)_\theta = \frac{\sigma_a}{2} (1 - \cos 2\theta) + 2\sigma_a \left[ \xi_1 \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^2 - 3\xi_2 \left( \frac{r_{inc}}{r} \right)^4 \cos 2\theta \right]; \quad (1.20)$$

<sup>1</sup> Трещина поверхности раздела определяется здесь как трещина (пока не обнаруженная), которая образуется до разрушения (возможно, во время изготовления) на границе раздела включения и матрицы (возможно, на границе зерен).



где

$$\xi_1 = \frac{(1 - 2\nu_i) \mu_m - (1 - 2\nu_m) \mu_i}{4 [(1 - 2\nu_i) \mu_m + \mu_i]}, \quad \varepsilon_2 = \frac{\mu_m - \mu_i}{4 [\mu_m + (3 - 4\nu_m) \mu_i]}.$$

Эти напряжения могут быть использованы для расчета коэффициента интенсивности напряжения у дефектов поверхности раздела. При малых трещинах поверхности раздела, которые существенно не нарушают поля напряжений, можно получить приближенное значение  $K_I$  непосредственно из напряжения вдоль радиальных дефектов, перпендикулярных к приложенному напряжению [37]:

$$K_I = \frac{\sqrt{\pi a_i}}{\sqrt{2}} \left\{ \sigma_a (1 + 2\xi_1 + 6\xi_2) + \frac{\beta^*}{2} - \left( \frac{a_i}{r_{inc}} \right) [3\sigma_a (\xi_1 + \xi_2) + \frac{9}{8} \beta^*] \right\}, \quad (1.21)$$

где  $a_i$  — размер наибольшего дефекта на границе раздела включение — матрица.

Отсюда следует, что включения с низкими  $\mu$  и  $\alpha$  особенно опасны, так как в этом случае распространение трещины может происходить при напряжениях намного ниже тех, которые следует ожидать, исходя из допущения (часто принимаемого) об эквивалентности размеров включения и трещины.

Величина напряжения, необходимого для распространения трещины, наряду с зависимостью от соотношений  $\alpha_i/\alpha_m$ ,  $\mu_i/\mu_m$  и значения  $K_{Ic}$ , определяется и размером трещины поверхности раздела  $a_i$ . Это не вполне четко характеризующая величина, однако допущение об эквивалентности  $a_i$  и размера зерна  $G$ , как сообщалось, приводило к хорошим соответствиям по прочности [1, 28].

Включения с высоким модулем сдвига  $\mu$  или большим значением коэффициента линейного расширения  $\alpha$  менее опасны. Высокое значение  $\alpha$  вызывает периферическое растрескивание (в матрице или на поверхности раздела). Известно, что в таком случае условия разрушения подобны условиям для плоской кольцевой трещины с размером, эквивалентным диаметру включения [38]. Наконец, интересно отметить, что если коэффициенты линейного расширения включения и матрицы совпадают, то включения с высоким модулем сдвига становятся безвредными, потому что распространяются только трещины поверхности раздела, имеющие

<sup>1</sup> Строгое решение для трещин поверхности раздела можно найти в работе Эрдогана с сотрудниками (см., например, [318]).

<sup>2</sup> Это допущение основывается на той предпосылке, что ранее существовавшие трещины поверхности раздела должны легко распространяться через первое верно или границу раздела зерен, смежных с включением, при величине  $K_I$  для монокристалла; затем ожидается, что произойдет остановка трещины на следующей границе зерен, где дальнейшее распространение может продолжаться только после достижения значительно больших величин  $K_I$  (см. рис. 5); так создаются трещины длиной, равной примерно диаметру одного зерна.

направление, параллельное приложенному напряжению, и эти трещины будут останавливаться в матрице [37].

Для случая большой поры были проведены [39] более строгие расчеты коэффициента интенсивности напряжения, давшие

$$K_I = \sigma_a \sqrt{\pi a f(a/r_{\text{pore}})}. \quad (1.22)$$

Коэффициенты морфологии дефекта для радиальных трещин, исходящих из цилиндрического отверстия, имеют следующие значения:

$a/r_{\text{pore}}$ . . . . .	0,01	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10
$\sqrt{\pi f(a/r_{\text{pore}})}$ . . . . .	0,22	0,31	0,42	0,50	0,56	0,60
$a/r_{\text{pore}}$ . . . . .	0,15	0,20	0,30	0,50	1,0	2,0
$\sqrt{\pi f(a/r_{\text{pore}})}$ . . . . .	0,69	0,75	0,83	0,90	0,97	0,99

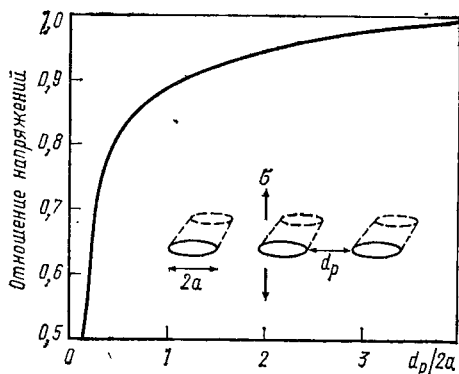


Рис. 10. Влияние цепочки коллинеарных параллельных трещин на напряжение, вызывающее распространение дефекта

Напряжения распространения трещины для различных  $a/r_{\text{pore}}$  графически представлены на рис. 8.

*Цепочки дефектов.* Рассмотрим теперь возможность того, что два или более близко расположенных дефекта могут соединиться при относительно низком напряжении перед катастрофическим разрушением (благодаря концентрации напряжения в промежутке между ними). Если это происходит, то разрушающее напряжение

обычно определяется напряжением, необходимым для распространения укрупненного дефекта, образовавшегося при соединении. Связанная с этим проблема взаимодействия трещин имеет простое решение и представляет собой взаимодействие копланарной цепочки сквозных трещин (рис. 10) [2]; тогда

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \left[ \frac{1}{\pi} \left( 2 + \frac{d_p}{a} \right) \operatorname{tg} \frac{\pi}{2 + (d_p/a)} \right]^{1/2}. \quad (1.23)$$

Решение, графически показанное на рис. 10 в виде отношения напряжений, вызывающих распространение дефекта, занижает напряжение соединения трещин для трехмерных дефектов, однако это решение может быть использовано в качестве указания на режим, при котором соединение трещин играет важную роль. Оно показывает, например, что напряжение соединения трещин лишь тогда значительно ниже напряжения, необходимого для распространения индивидуальных дефектов, когда расстояние между дефектами меньше примерно половины диаметра дефекта,

т. е. необходимо принимать во внимание только очень близко расположенные дефекты.

Сходная проблема возникает при соединении подповерхностных дефектов с поверхностными (рис. 11). Имеется приближенное решение этой задачи [26], основанное на взаимодействии подпо-

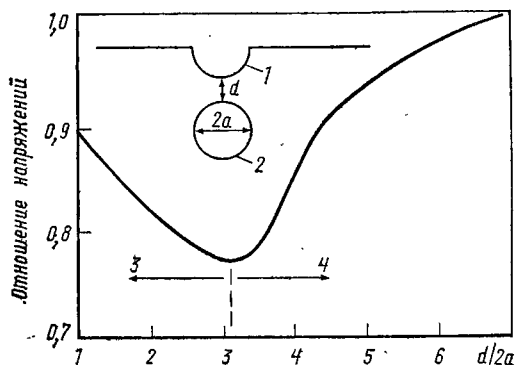


Рис. 11. Взаимодействие подповерхностного и поверхностного дефектов:

1 — поверхностный дефект; 2 — подповерхностный дефект; 3 — разрушение регулируется напряжением распространения дефекта; 4 — разрушение регулируется напряжением соединения дефектов

верхностного сквозного цилиндра с различными поверхностными дефектами. Напряжения в промежутке между цилиндром и поверхностью известны, а отсюда может быть приближенно рассчитано напряжение, при котором происходит соединение поверхностных дефектов любой конфигурации, как показано на рис. 11.

### *Распространение ранее существовавших дефектов*

Теперь представим несколько примеров, которые иллюстрируют влияние конфигурации дефекта и дают информацию об условиях, при которых параметры механики макроразрушения могут быть применены к анализу распространения дефектов. Вначале рассмотрим полученную шликерным литьем пористую керамику из оксида алюминия с размером зерна  $\sim 5$  мкм, содержащую поры диаметром до 100 мкм [26]. Прочность этого материала при изгибе составляет 180 МПа, а  $K_{Ic}$  равен  $3,2 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ . В непосредственной близости от начала разрушения наибольшими дефектами, выявляемыми с помощью микроскопа, будут крупные поры (рис. 12). Несколько пор всегда присутствует на поверхности и в подповерхностной области. Расчетный  $K_I$  для индивидуальных поверхностных пор значительно ниже, чем  $K_{Ic}$ . Однако может происходить соединение некоторых дефектов. Поры расположены достаточно близко друг к другу, чтобы создавать соединенные трещины типа пора—пора, но некоторые подповерхностные поры, по-видимому, достаточно близки к поверхности, чтобы создавать соединенные трещины типа пора—поверхность. Анализ соединения показывает, что поры, расположенные  $< 30$  мкм от поверх-

ности, могут образовывать соединенные трещины при напряжениях, ниже измеренного разрушающего напряжения. Анализ напряжения, которое необходимо для распространения суммарного дефекта, образованного при соединении пор с поверхностью из этой подповерхностной области, в данном случае дает величину  $K_I = 2,8 \pm 0,4 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ , что находится в весьма хорошем соответствии с измеренным  $K_{Ic}$ . Из этого следует, что значения  $K_{Ic}$  при макроразрушении можно использовать для оценки условий

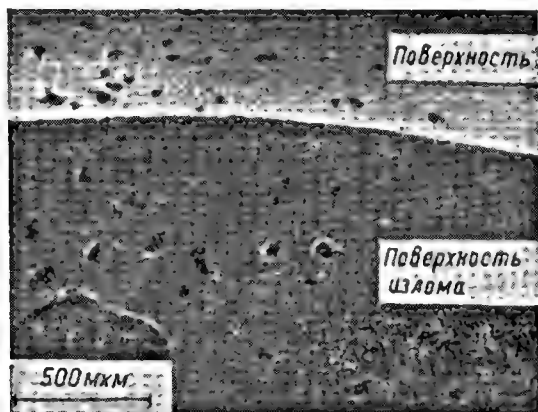


Рис. 12. Микроструктура излома пористой керамики из оксида алюминия, полученной шликерным литьем (сканирующий электронный микроскоп)

распространения подобных ранее существовавших дефектов с диаметром равным  $\sim 20 \text{ Г}$ .

Рассмотрим далее покрытия из плотного пиролитического карбида кремния [40]. В этом материале (с размером зерна  $< 1 \text{ мкм}$ ) единственными внутренними дефектами являются поры диаметром  $\sim 0,5 \text{ мкм}$ , тогда как на поверхности вследствие условий осаждения образуются неровности глубиной до  $20 \text{ мкм}$  (см. рис. 68). Эти поверхностные дефекты расположены весьма близко один от другого ( $< 5 \text{ мкм}$ ) и поэтому могут соединяться при сравнительно низком напряжении, создавая сквозной дефект глубиной до  $20 \text{ мкм}$ . Расчетный  $K_I$  для этих дефектов в данном покрытии, как найдено, очень точно согласуется с  $K_{Ic}$ , вновь показывая, что для дефектов диаметром  $\sim 20 \text{ Г}$   $(K_{Ic})_p \approx (K_{Ic})_g$ .

Измерения  $K_I$ , проведенные на горячепрессованном нитриде кремния ( $G \approx 3 \text{ мкм}$ ), показывают, что в нем происходит разрушение, вызываемое главным образом включениями [35, 41]. При сравнении  $(K_{Ic})_p$ , равной  $4,8 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$  и  $(K_{Ic})_g$ , значения которой составляют,  $\text{МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ : 3,4; 3,4; 2,4; 4,0; 3,4; 2,0 [35],

совпадение коэффициентов наблюдается не во всех случаях, и, следовательно, этот результат не столь убедителен, как другие. Одной из проблем, связанных с расчетом  $(K_{Ic})_p$  для нитрида кремния, к которой пока не обращались, является общая проблема учета влияния физических свойств включения (коэффициента термического расширения и модуля сдвига), как обсуждалось в предыдущем разделе. Внесение  $\sqrt{V}(K_{Ic})_p$  соответствующей поправки на эти эффекты может снять существующую неясность, хотя другим возможным объяснением является влияние химических реакций.

Можно прийти к заключению, что параметры механики макро-разрушения могут в ряде случаев успешно использоваться для расчета условий распространения небольших ранее существовавших дефектов, когда дефекты в несколько раз больше размера зерна, если разрушающее напряжение ниже общего предела пластического течения<sup>1</sup>. Однако потребуется большая дополнительная работа, чтобы проверить общий характер этого результата<sup>2</sup>.

Диапазон крупноразмерных дефектов включает в себя такие дефекты, которым на кривой распределения прочности для большинства конструкционных материалов соответствуют участки критически низких прочностей. Так как для проектирования представляет интерес только нижний предел прочности, механика разрушения может найти широкое применение при разработке материалов для действенного контроля минимальной прочности конструкционных керамических деталей.

В заключение следует отметить, что типичные дефекты, вызывающие разрушение керамических материалов, отчасти связаны с методом изготовления. Имеющийся опыт по идентификации дефектов сводится к следующему:

1. Горячее прессование: включения, дефекты механической обработки, недостаточно связанные участки, крупные зерна.

2. Прессование с последующим спеканием: большие поры, включения, крупные зерна.

3. Осаждение из парообразной фазы: поверхностные дефекты, крупные зерна, плоские расслоения.

---

<sup>1</sup> Отметим, что никогда не наблюдаются значения  $K_I$ , большие, чем  $K_{Ic}$ . Это свидетельствует о том, что тупые ранее существовавшие дефекты до разрушения всегда должны перейти в острые трещины, возможно, путем распространения в направлении первого зерна или границы зерен.

<sup>2</sup> Когда катастрофическому разрушению предшествует медленный рост трещин (как это происходит во многих видах конструкционной керамики), для эффективного прогнозирования разрушения не требуется эквивалентности  $(K_I)_p$  и  $(K_I)_g$ , однако соотношение между  $(K_I)_p$  и  $(K_I)_g$  необходимо обязательно определять при разработке материалов [42—45].

## 1.2. ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ

### 1.2.1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ

#### *Системы скольжения*

Системы скольжения в металлах хорошо определены и представляют собой кратчайший вектор смещения в элементарной ячейке (например,  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  в г. ц. к. кристаллах). В керамике, однако, присутствие заряженных ионов создает электростатические эффекты, которые ограничивают число имеющихся систем скольжения.

Рассмотрим структуру типа каменной соли, показанную на рис. 13, где две группы ионов (например, Mg и O) обозначены светлыми и темными кружками. В этой простой кристаллической структуре две группы ионов представляют собой две взаимопроникающие г. ц. к. решетки, которые удержи-

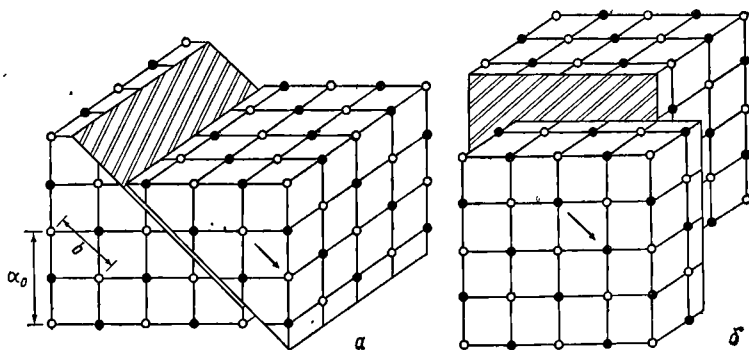


Рис. 13. Структура типа каменной соли. Показано скольжение по  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  (а) и  $\{001\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  (б)

ваются вместе силами электростатического притяжения. Очевидно, что обычное скольжение типа  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  для г. ц. к. решеток в данном случае не было бы благоприятным, поскольку оно привело бы к созданию зарядов на противоположных гранях кристалла и, таким образом, к дисбалансу зарядов. Поэтому предпочтительной системой скольжения является  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , как это показано на рис. 13, а, так как в этом случае нет суммарного образования заряда

на какой-либо грани кристалла. Более того, данная система предпочтительна перед системой  $\{001\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , показанной на рис. 13, б, потому что последняя, хотя и возникает на плоскостях  $\{100\}$  с более плотной упаковки, приводит к электростатическому нарушению при сближении друг с другом одноименно заряженных ионов на половине трансляционного расстояния [46]. Поэтому предпочтительной системой скольжения является главным образом  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , а  $\{001\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  становится более значимой либо с увеличением температуры, так как электростатические силы релаксируются, либо с уменьшением ионного характера связи (например, в RbTe ионный характер связи мал и скольжение  $\{001\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  происходит при комнатной температуре).

Как было показано в работе [47], кристаллу требуется пять независимых систем скольжения, для того чтобы подвергаться общей однородной деформации посредством процессов скольжения. Это требование можно понять, если учесть, что скольжение в одной системе приводит к смещению одной части кри-

ТАБЛИЦА 1  
ПЕРВИЧНЫЕ И ВТОРИЧНЫЕ СИСТЕМЫ СКОЛЬЖЕНИЯ

Кристалл	Первичная система	Число независимых систем	Вторичная система	$T_{\min}$ для вторичной системы	Общее число независимых систем
$Al_2O_3$ [189, 320, 321]	(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	$\left\{ \begin{array}{l} \{11\bar{2}0\} \langle 11\bar{0}0 \rangle \\ \{1\bar{1}02\} \langle 1101 \rangle \end{array} \right\}$	$\sim 0,8T_m$	4
BeO [322, 323]	(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	$\left\{ \begin{array}{l} \{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle \\ \{10\bar{1}0\} \langle 0001 \rangle \end{array} \right\}$	$\sim 0,5T_m$	5
CaF <sub>2</sub> [325]	{100} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	3	{110} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	$\sim 0,3T_m$	4
CsBr [326]	{110} $\langle 001 \rangle$	3	Нет вплоть до $\sim 0,6T_m$	—	5
Cu <sub>2</sub> O [327]	$\langle 100 \rangle$ $\langle 001 \rangle$	3	Наблюдается волнообразное скольжение	$\sim 0,5T_m$	3
Графит [328]	(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	Нет вплоть до $\sim 0,7T_m$	—	2
MgO, NaCl, LiF Шпинель	{110} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	2	{001} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	$\sim 0,5T_m$	5
MgO (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) [329] Шпинель	{111} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	5	—	—	5
MgO (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>2,5</sub> [330]	{110} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	2	Наблюдается волнообразное скольжение	$\sim 0,8T_m$	5
SiO <sub>2</sub> (β-кварц) [331]	(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	$\left\{ \begin{array}{l} \{11\bar{2}0\} [0001] \\ \{1010\} [0001] \end{array} \right\}$	$\sim 0,5T_m$	2
TiC [332]	{111} $\bar{1}10$	5	—	—	5
TiO <sub>2</sub> [164]	{101} $\langle 10\bar{1} \rangle$	4	—	—	4
VC <sub>0,85</sub> [333]	{111} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	5	—	—	5

сталла относительно другой в результате чистого сдвига. Так как чистый сдвиг по единственной системе скольжения определяет величину одного из независимых компонентов тензора деформации, а общий тензор деформации содержит шесть независимых компонентов, то, на первый взгляд, можно предположить, что требуются шесть независимых систем. Однако обычно пластическое течение не сопровождается изменением объема, так что шесть независимых компонентов сводятся к пяти благодаря следующему условию:

$$\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z = 0. \quad (1.24)$$

Следовательно, требуются пять независимых систем скольжения, чтобы получить общую однородную деформацию без изменения объема. Независимой является система, вызывающая изменение формы кристалла, которое не может быть создано соответствующими комбинациями скольжения в других системах [48]. Так как пять независимых систем создают любую произвольную деформацию без изменения объема, то это и есть максимально допустимое число независимых систем скольжения в кристалле.

В табл. 1 сведены первичные и вторичные системы скольжения для различных кристаллов [48—50] и указана примерная минимальная температура, при которой наблюдается вторичная система<sup>1</sup>. За исключением стехиометрической шпинели  $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  и двух карбидов ( $\text{TiC}$  и  $\text{VC}_{0.85}$ ), ни один вид керамики из приведенных в табл. 1 не отвечает требованиям критерия Мизеса лишь посредством первичной системы скольжения. Отсюда следует, что для появления макроскопической деформации заметной величины в поликристаллических керамических материалах, как правило, требуются весьма высокие температуры.<sup>2</sup>

### Проекция касательного напряжения

Если к монокристаллу приложено одноосное напряжение, проекция касательного напряжения  $\tau_r$ , действующего в определенной плоскости скольжения и в определенном направлении, может быть рассчитана по выражению

$$\tau_r = \sigma \sum_{i,j=1}^3 \theta_i \Phi_i \theta_j \delta_j, \quad (1.25)$$

где  $\theta_i$ ,  $\Phi_i$  и  $\delta_j$  обозначают направляющие косинусы соответственно оси напряжения, нормали к плоскости скольжения и направления скольжения. Обычно удобно относить эти направляющие косинусы к основным векторам в кристаллографических направлениях  $[100]$ ,  $[010]$  и  $[001]$ .

Важность проекции касательного напряжения можно легко оценить при рассмотрении структуры типа каменной соли. В этом случае имеются три ортогональные пары плоскостей скольжения, как показано на рис. 14, а. Векторы Бюргерса в каждой паре также расположены под прямыми углами, как показано на рис. 14, б, но углы, образующиеся между векторами Бюргерса из различных ортогональных пар плоскостей скольжения, тупые<sup>3</sup> ( $120^\circ$ ). Из уравнения (1.25) следует, что для любого одноосного напряжения существует равная проекция касательного напряжения на каждую систему скольжения ортогональной пары.

<sup>1</sup> Следует отметить, что эта температура только приближенная и на практике зависит от условий испытания (степени деформации, растяжения или сжатия, присутствия гидростатического давления и т. д.).

<sup>2</sup> В материалах, имеющих меньше требуемых пяти независимых систем скольжения, однородная пластическая деформация может сопровождаться при высоких температурах комбинацией скольжения и переползания дислокаций [50]; процессы переползания дислокаций подробнее обсуждаются в части 2.

<sup>3</sup> Соотношения для прямых и тупых углов важны для интерпретации полос скольжения, как будет показано в разделе 1.2.3.



Зерна в поликристаллическом материале ориентированы практически хаотично<sup>1</sup>, поэтому важно знать величину напряжений сдвига, возникающих во

Рис. 14. Структура типа каменной соли. Показаны: три ортогональные пары плоскостей скольжения системы  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  (а) и шесть векторов Бюргера системы  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  (б)

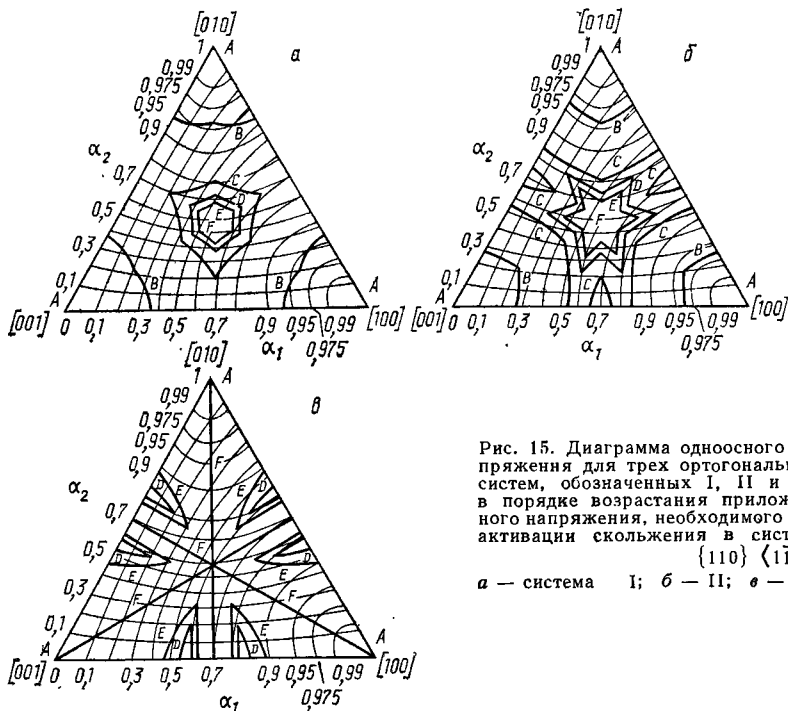
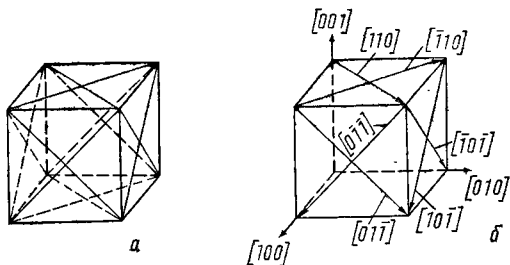


Рис. 15. Диаграмма одноосного напряжения для трех ортогональных систем, обозначенных I, II и III в порядке возрастания приложенного напряжения, необходимого для активации скольжения в системе  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ : а — система I; б — II; в — III

всех возможных плоскостях скольжения при любой ориентации зерна. Такие данные могут быть представлены графически путем построения диаграммы одноосного напряжения для произвольно выбранной системы скольжения. При этом

<sup>1</sup> На практике степень хаотичности зависит от метода приготовления материала. Выдавливание дает иррегулярную выраженную текстуру. Например, горячее выдавливание твердых заготовок MgO, полученного спеканием или плавлением, дает сильную текстуру по  $\langle 100 \rangle$ , параллельную оси выдавливания [51, 52]. Часто полагают, что горячее прессование дает мало или совсем не дает предпочтительной ориентации, но это необязательно; так, для MgO было найдено, что, по крайней мере, в некоторых случаях горячепрессованный материал содержит плоскости  $\{111\}$ , преимущественно ориентированные перпендикулярно направлению прессования [53].

проекцию касательного напряжения в уравнении (1.25) принимают равной критической величине проекции касательного напряжения, необходимой для того, чтобы привести в действие систему скольжения, а абсолютную величину приложенного напряжения наносит как функцию ориентации оси напряжения. Примеры таких диаграмм для MgO представлены на рис. 15 и 16 [54]; здесь оси напряжений показаны точками пересечения с плоскостью (111), а начало координат берется в другой исходной точке для осей. На этих диаграммах оси напряжений, которые испытывают одно и то же одноосное напряжение, представлены кривыми, лежащими в плоскости (111). Благодаря кубической симметрии структуры каменной соли кривые могут быть легко рассчитаны путем рассмотрения только первого квадранта диаграммы.

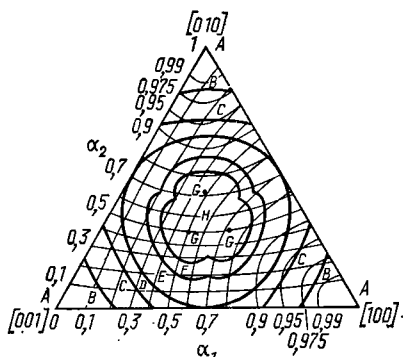


Рис. 16. Диаграмма одноосного напряжения для наиболее легко приводимой в действие вторичной системы скольжения  $\{001\} \langle 110 \rangle$

рис. 15, а—в показаны диаграммы одноосного напряжения соответственно для I, II и III наборов, где на основании экспериментальных данных о текучести кристаллов, ориентированных в направлении  $\langle 100 \rangle$  [55], кривые А—F представляют одноосные напряжения, приведенные для различных температур, значения которых следующие:

Кривая . . . . .	A	B	C	D	E	F
Напряжение, МПа, при температуре, °C:						
25 . . . . .	118	137	275	412	549	∞
600 . . . . .	49	57	115	172	229	∞
1200 . . . . .	27	32	65	96	128	∞

Сходная диаграмма показана на рис. 16 для наиболее легко приводимой в действие вторичной системы скольжения  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ , а соответствующие одноосные напряжения для двух различных температур имеют следующие значения:

Кривая . . . . .	A	B	C	D	E	F	G	H
Напряжение, МПа, при температуре, °C:								
600 . . . . .	∞	1206	686	574	463	431	408	431
1200 . . . . .	∞	275	156	130	106	98	92	98

### Дислокации и их движение

Керамические монокристаллы содержат два различных типа дислокаций. Во-первых, существуют «вросшие» дислокации, которые являются прямым следствием роста кристалла. Эти дислокации могут существовать как изолированные индивидуальные петли или группы дислокаций или же как сеть или субструктура границ с чрезвычайно малым углом разориентировки ( $< 2^\circ$ ). Обычно около половины вросших дислокаций содержится в MgO на границах с малым углом разориентировки [56], а средний размер субзерен часто составляет порядка  $10^{-3}$ — $10^{-2}$  м. В субзернах плотность вросших дислокаций низка и часто составляет  $10^8$ — $10^9$  м $^{-2}$  [57], но эти дислокации обычно неподвижны, так как они редко лежат в первичных плоскостях скольжения; они неизменно обладают непре-

вильным вектором Бюргерса и обычно заземлены по длине выделениями примесей [57—64].

Во-вторых, кристаллы часто содержат «подвижные» дислокации, которые попадают в виде полупетли на поверхность кристалла при неосторожном обращении или во время операции расщепления. Если не приняты специальные меры предосторожности, эти подвижные полупетли очень легко внедряются при обычном приготовлении образца и четко обнаруживаются при травлении поверхности. Поэтому существует простой способ внедрения переменного количества подвижных дислокаций в кристалл путем умышленного повреждения поверхности при ее обдывании частицами карбида кремния. Каждая точка соударения частицы с поверхностью кристалла обнаруживается при травлении в виде дислокационной розетки, причем лепестки розеток состоят из полос скольжения вдоль различных кристаллографических направлений [65—74].

Легкость внедрения полупетель дислокаций во многие неметаллические кристаллы пробудила интерес к измерению скорости дислокаций. Эти скорости легко могут быть определены. Для этого последовательным травлением находят исходную позицию полупетли, а затем к кристаллу в течение определенного времени прикладывают напряжения сдвига известной величины и повторным травлением находят конечную позицию полупетли. Средняя скорость подсчитывается по расстоянию между начальной и конечной позициями петли.

Типичные результаты для номинально чистых кристаллов LiF представлены на рис. 17, из которого видно, что скорость дислокаций значительно меняется с изменением приложенного напряжения сдвига [75]. В диапазоне низких напряжений скорость возрастает приблизительно пропорционально двадцать пятой степени напряжения, однако при высоких напряжениях происходит спрямление кривой и скорость дислокаций стремится к скорости звуковой волны в монокристалле.<sup>1</sup> Экспериментальные результаты показывают, что, за исключением самых высоких напряжений сдвига, скорость краевого компонента дислокации значительно выше скорости винтового компонента. Следует отметить, что предположение о приближении к предельной релативистской скорости  $v_0$  при высоких уровнях напряжения не является строго обоснованным, так как скорости дислокаций, близкие к  $v_0/2$ , до настоящего времени не были измерены [76]. Если использовать вместо логарифмической линейную шкалу, как показано на рис. 18, то для скорости краевой дислокации двух видов кристаллов NaCl [77] нет очевидного доказательства существования предельной скорости, и экспериментальные данные дают возможность предполагать функционирование некоторой формы механизма высокоскоростного затухания.<sup>2</sup>

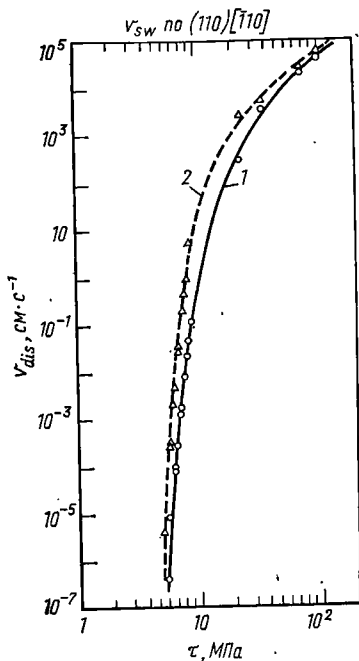


Рис. 17. Зависимость винтового (1) и краевого (2) компонента скорости дислокаций от приложенного напряжения сдвига для номинально чистого кристалла LiF ( $v_{sw}$  — скорость сдвиговых волн)

<sup>1</sup> Она составляет  $3,6 \cdot 10^8 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$  для скорости сдвиговой волны в LiF по (110) [110].

<sup>2</sup> Примеры механизмов рассеяния энергии, которые могут ограничивать скорости дислокаций при высоких уровнях напряжения, включают термоупругое затухание, негармоническое затухание, фоновно-вязкие эффекты и фоновное рассеяние [76].

На практике скорость, наблюдаемая при данном уровне напряжений, сильно зависит от природы кристалла [78]. Так, большие расхождения наблюдаются при сравнительно малых колебаниях в содержании примесей и термической предыстории (рис. 18, а). Эти расхождения отчасти возникают из-за наличия заряда, связанного с дислокациями в ионных кристаллах: стационарная краевая дислокация в кристаллической решетке окружена облаком дебай-хюккелевских объемно-заряженных точечных дефектов [79]. Заряды могут также присутствовать на винтовых дислокациях — на заряженных ступеньках и перегибах [80].

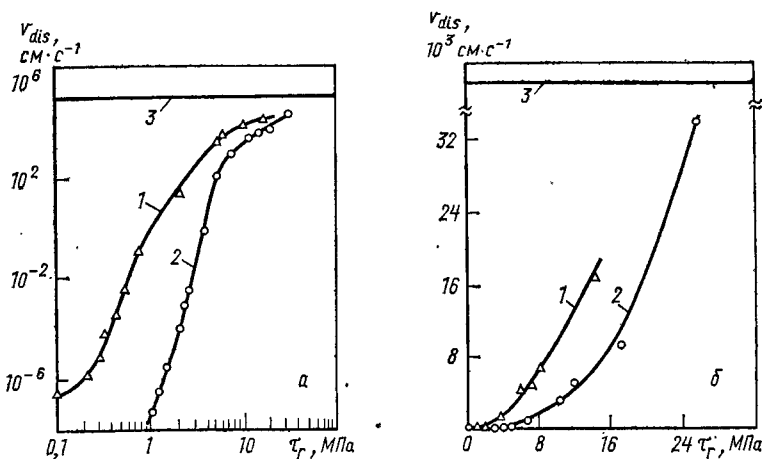


Рис. 18. Зависимость скорости краевой дислокации от проекции касательного напряжения для кристаллов NaCl разной степени чистоты в логарифмических (а) и линейных (б) координатах:  
1 — кристалл NaCl, содержащий  $< 0,001\%$  Са; 2 — то же,  $\sim 0,01\%$  Са; 3 — скорость сдвиговых волн, равная  $2,3 \cdot 10^8 \text{ см} \cdot \text{с}^{-1}$

Поскольку знак заряда может меняться как с температурой, так и с содержанием примесей, то зависимость скорости дислокаций от напряжения и температуры имеет сложный характер [81].

По разработанной теории подвижности дислокаций, согласно которой скорость ограничивается сопротивлением дебай-хюккелевского облака, скорость дислокаций зависит от температуры через температурную зависимость заряда дислокаций и подвижности точечных дефектов [82]. Это приводит к весьма сильной зависимости скорости дислокаций от напряжения и температуры в номинально чистом LiF, а также объясняет характер скоростей дислокаций, наблюдаемых в легированном LiF [83].

### Механика текучести

Понимание процесса текучести может быть достигнуто только путем анализа взаимодействия между испытуемым монокристаллом и испытательной машиной. Рассмотрим кристалл 1 длиной  $l$  и площадью поперечного сечения  $A$ , находящийся в испытательной машине с подвижным захватом 2 (рис. 19). Когда захват перемещается при сжатии кристалла, часть движения переходит в упругую деформацию машины, и эта часть может быть представлена с помощью воображаемой пружины с константой  $s$ . Если захват движется с постоянной скоростью смещения  $y$ , то это движение  $\dot{y}t$  описывается уравнением

$$\dot{y}t = y_m + y_e + y_p, \quad (1.26)$$

где  $y_m$  — упругое смещение машины, а  $y_e$  и  $y_p$  — упругое и пластическое смещение образца. Если  $\dot{\epsilon}_p$  — истинная скорость пластической деформации образца, то кажущаяся скорость деформации образца определится уравнением

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_p + (A/l_s) (d\sigma/dt) \quad (1.27)$$

при условии, что  $AE/l_s \gg 1$ .

Поскольку скорость деформации пластического сдвига  $\dot{\gamma}$  связана со средней скоростью дислокаций зависимостью

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v_{dis}, \quad (1.28)$$

$$(l_s/A) [1 - (\xi^0/\dot{\epsilon}) \rho_m b v_{dis}] = d\sigma/d\epsilon, \quad (1.29)$$

где  $\xi^0$  — геометрическая константа, связывающая осевую скорость деформации  $\dot{\epsilon}_p$  со скоростью деформации сдвига  $\dot{\gamma}$ .

Уравнение (1.29) с успехом было применено для интерпретации текучести монокристаллов LiF [84]. Для этого  $v_{dis}$  измеряли как функцию напряжения сдвига, а  $\rho_m$  оценивали как функцию деформации по измерениям ямок травления<sup>1</sup> и графически интегрировали уравнение (1.29). Этот аналитический подход позволил правильно предсказать падение текучести, наблюдаемое в LiF при комнатной температуре, так же как и изменение величины падения текучести со скоростью смещения и податливостью машины. В принципе этот подход может быть использован и для более сложных систем, если имеется достаточная информация относительно величин  $v_{dis}$  и  $\rho_m$ .

Многие испытания керамических материалов проводились при постоянной скорости возрастании нагрузки вместо более обычной постоянной скорости смещения, поэтому сила, действующая на образец, инкрементально возрастала в течение испытания. При малых деформациях разница между истинным напряжением и напряжением, рассчитанным путем деления приложенного усилия на исходную площадь поперечного сечения образца, пренебрежимо мала, так что испытание при постоянной скорости возрастании нагрузки практически эквивалентно испытанию при постоянной скорости роста напряжения. Наклоны кривой напряжение—деформация, полученный при постоянной скорости роста напряжения, связан со скоростью пластической деформации выражением [85]

$$d\sigma/d\epsilon = (d\sigma/dt) (1/\xi^0 \rho_m b v_{dis}). \quad (1.30)$$

## 1.2.2. ПЛАСТИЧЕСКОЕ ТЕЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ

### *Влияние температуры и скорости деформации*

Когда монокристалл испытывают на растяжение или сжатие в условиях постоянной скорости роста деформации (или нагрузки), то он упруго деформируется до достижения критической величины

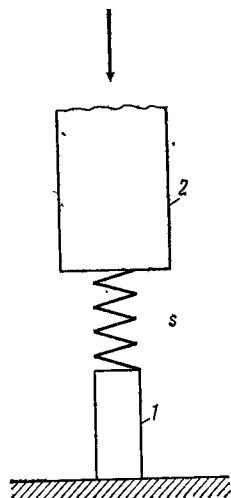


Рис. 19. Схема испытания кристалла на сжатие

<sup>1</sup> При этом анализе приняты некоторые допущения, включая: 1. Все дислокации движутся с одинаковой скоростью. На практике, возможно, существует спектр скоростей. 2. Плотность подвижных дислокаций  $\rho_m$  равна общей плотности дислокаций  $\rho_t$ . Это допущение не вносит серьезной погрешности, пока значение  $\rho_m$  не станет меньше  $0,1\rho_t$ . В настоящее время не существует метода однозначного определения  $\rho_m$  как доли  $\rho_t$ . 3. Не происходит никакого деформационного упрочнения.

проекции касательного напряжения  $(\tau_r)_c$ , при которой имеет место пластическое течение. Если  $(\tau_r)_c$  измеряется как функция температуры при постоянной скорости деформации  $\dot{\epsilon}$ , то обычно получают результаты, схематически показанные на рис. 20, где нормализованное напряжение  $\tau/\mu$  нанесено как функция относительной (в долях температуры плавления) температуры  $T/T_m$ , причем  $\tau$  — напряжение сдвига, действующее в плоскости скольжения.

Схема может быть подразделена на четыре обособленных области, зависящие только от величины  $\tau/\mu$ <sup>1</sup>. При нормальных

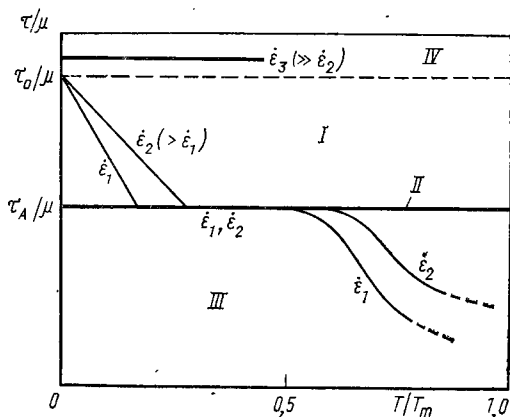


Рис. 20. Зависимость нормализованного напряжения  $\tau/\mu$  от гомологической температуры  $T/T_m$ , показывающая существование четырех обособленных деформационных областей: I — термически активированная; II — атермическая; III — диффузионно регулируемая; IV — вязкого затухания

скоростях деформации область I обычно простирается до  $T/T_m \approx \approx 0,2—0,3$ . При возрастании скорости деформации эта область распространяется до более высоких гомологических температур. В этой области  $\tau/\mu$  быстро падает с ростом температуры от  $\tau_0/\mu$  при абсолютном нуле до величины  $\tau_A/\mu$ . При абсолютном нуле напряжение Пайерлса  $\tau_p$ , равное  $(\tau_0 - \tau_A)$ , представляет собой напряжение, которое необходимо для преодоления барьера Пайерлса в кристаллической решетке. Поведение в этой области регулируется термическими флуктуациями, которые позволяют дислокациям преодолевать препятствия в плоскости скольжения, имеющие поля напряжений ближнего действия (например, растворенные атомы или барьер Пайерлса). Эффективное нормализованное напряжение, связанное с преодолением препятствий ближнего действия, выражается разницей между измеренным значением  $\tau/\mu$  и  $\tau_A/\mu$ . Известны оценки величины напряжения Пайерлса для нескольких кристаллических систем [86—89].

<sup>1</sup> Следует подчеркнуть, что области, представленные на рис. 20, независимы от температуры. Например, хотя скорости деформации таковы, что процессы ползучести (область III), как правило, приобретают значение только при высоких температурах ( $>0,47T_m$ ), эти процессы протекают при всех температурах выше абсолютного нуля и могут в действительности доминировать в некоторых конструкционных приложениях, когда скорости деформации исключительно низкие.

Область II состоит из линии, представляющей собой нормализованное напряжение  $\tau_0/\mu$ . Эта область независима от температуры и не обнаруживает зависимости от скорости деформации; она представляет собой преодоление полей напряжения дальнего действия (например, за счет крупных выделений или присутствия других дислокаций в параллельных плоскостях скольжения). Поэтому области I и II представляют соответственно термическое и атермическое поведение.

Область III соответствует области ползучести, где скорость регулируется диффузионными процессами; в этой области  $\tau/\mu$

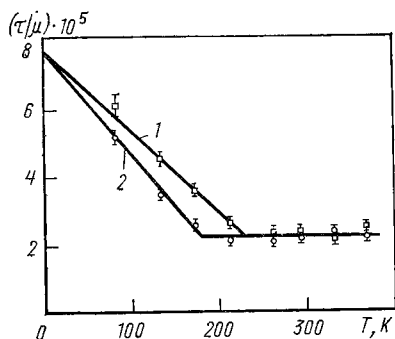


Рис. 21. Зависимость нормализованного напряжения от температуры для кристаллов NaCl, испытанных при различных скоростях деформации:

1 —  $\dot{\epsilon} = 1,9 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ; 2 —  $\dot{\epsilon} = 9,5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$

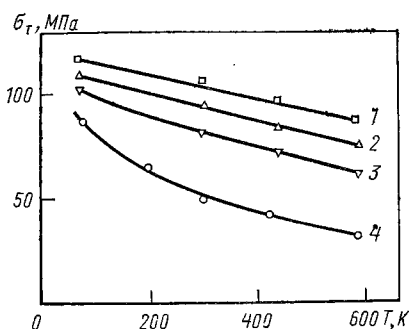


Рис. 22. Зависимость предела текучести от температуры для кристаллов MgO, испытанных при различных скоростях деформации:

1 —  $\dot{\epsilon} = 3,0 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$ ; 2 —  $\dot{\epsilon} = 2,0 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$ ;  
3 —  $\dot{\epsilon} = 1,0 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$ ; 4 —  $\dot{\epsilon} = 1,0 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$

снова очень быстро падает и зависит от скорости деформации (см. часть 2). Наконец, при очень высоких скоростях деформации, эквивалентных  $\tau/\mu > \tau_0/\mu$ , движение дислокаций ограничивается вязким затуханием (область IV); эта область малоинтересна с конструкционной точки зрения.

Имеется много экспериментальных примеров, подтверждающих эти тенденции. Так, на рис. 21 представлены результаты испытаний кристаллов NaCl для двух скоростей деформации при нагружении по оси  $\langle 100 \rangle [90]$ . При  $T > 250 \text{ K}$  экспериментальные точки для двух скоростей деформации совпадают (область II); однако при более низких температурах две скорости деформации дают различные результаты и происходит заметное возрастание  $\tau/\mu$  с понижением температуры (область I). По этим результатам величина  $\tau_0/\mu$  составляет  $7,8 \cdot 10^{-5}$ . Второй пример представлен на рис. 22 для кристаллов MgO, испытанных при скоростях деформации, охватывающих по величине семь порядков — от  $10^{-4}$  до  $3 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$  [91]. Здесь ясно наблюдается переход от области I ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ ) к области IV ( $\dot{\epsilon} \geq 10^3 \text{ с}^{-1}$ ). В данном

случае результаты в области IV снижаются с повышением температуры, так как предел текучести не был нормализован по температурной зависимости модуля сдвига.

### Влияние ориентации кристалла

Как указывалось в разделе 1.2.1, ориентация кристалла является исключительно важным параметром, так как она определяет проекцию касательного напряжения, действующего в первичной системе скольжения, и тем самым величину пластического течения.

Для структуры типа каменной соли относительно просто получать совершенные кристаллы с продольной осью  $\langle 110 \rangle$  для испытан

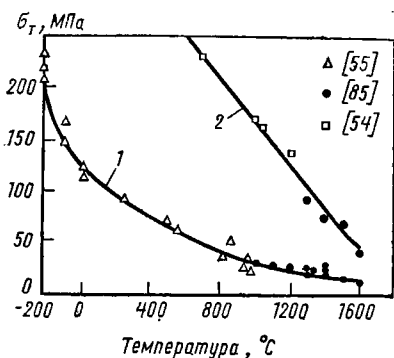


Рис. 23. Зависимость предела текучести кристаллов MgO с осями нагружения  $\langle 100 \rangle$  (1) и  $\langle 111 \rangle$  (2) от температуры

ориентации по  $\langle 110 \rangle$  проекция касательного напряжения снова действует только в четырех из шести систем скольжения  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ , но теперь она равна только одной четвертой приложенного напряжения. При ориентации  $\langle 111 \rangle$ , согласно уравнению (1.25), проекция касательного напряжения не реализуется ни в одной из систем скольжения  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ , поэтому при такой ориентации представляется возможным исследовать вторичные системы скольжения<sup>1</sup>.

На рис. 23 представлена зависимость величины предела текучести от температуры для монокристаллов MgO, имеющих оси нагружения  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  и испытанных на сжатие при постоян-

<sup>1</sup> Следует проявлять особую осторожность при разрезании кристаллов с осью нагружения  $\langle 111 \rangle$ , так как разориентировка всего лишь в 2 град приведет к понижению критической величины проекции касательного напряжения в системе скольжения  $\{110\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  по сравнению с системой  $\{001\}$   $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  при комнатной температуре [92]; эта незначительная разориентировка может быть получена только благодаря присутствию мозаичной структуры в кристалле. Влияние незначительных разориентировок уменьшается с возрастанием температуры.



ной скорости возрастания напряжения, равной  $0,14 \text{ МПа} \cdot \text{с}^{-1}$ . Пределы текучести, полученные для оси  $\langle 111 \rangle$ , намного выше, чем для оси  $\langle 100 \rangle$ . С помощью метода травления было показано, что при ориентации  $\langle 100 \rangle$  скольжение происходит во вторичной системе  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  [54]. Еще более высокие пределы текучести получены для оси  $\langle 111 \rangle$  при пониженных температурах (1000 МПа при  $300^\circ \text{С}$  и 500 МПа при  $560^\circ \text{С}$ ). Такие весьма высокие напряжения создаются вследствие действия сильных электростатических сил отталкивания, ограничивающих движение дислокаций ( $a/2$ )  $\langle 110 \rangle$  в плоскостях  $\{100\}$  [46]; эти напряжения снижаются при высоких температурах в результате расширения кристаллической решетки. Результаты экспериментов с нагружением по оси  $\langle 110 \rangle$  на рис. 23 не показаны, но, судя по величине проекции касательного напряжения, они располагаются между кривыми для осей  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ . Хотя эти результаты были получены с кристаллами, концы которых во избежание бокового смещения были зажаты, весьма сходные результаты были получены для кристаллов  $\text{MgO}$ , испытанных по оси  $\langle 111 \rangle$ , но без такого ограничения концов [93].

### Влияние геометрии кристалла

Геометрия кристалла, используемого для механических испытаний, является важным и часто недоучитываемым параметром. На рис. 24 показан типичный прямоугольный кристалл структуры типа каменной соли длиной  $l$ , шириной  $w$  и толщиной  $d$ , сжатый по длинной оси, что соответствует направлению  $[100]$ , в результате чего четыре плоскости скольжения в системе  $\{110\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  находятся под равным напряжением. Эти плоскости обозначены как  $a$ ,  $b$ ,  $c$  и  $d$ .

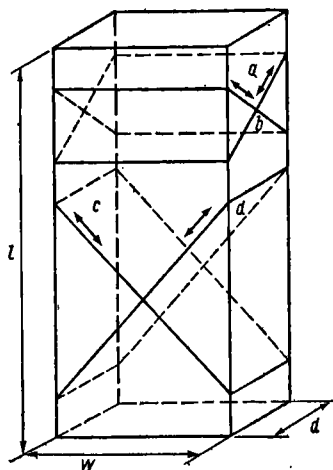


Рис. 24. Прямоугольный кристалл структуры типа каменной соли с осью  $\langle 100 \rangle$

Эксперименты с различными кристаллами показали, что скольжение в кристаллах  $\text{NaCl}$ , как правило, происходит по одной из плоскостей с кратчайшим путем скольжения ( $a$  или  $b$ ) [94], в кристаллах  $\text{MgO}$  скольжение предпочтительно по плоскости с длинным путем скольжения ( $c$  или  $d$ ) [95], а в кристаллах  $\text{LiF}$  вовсе нет предпочтительных направлений [95]. Значительный (более чем в 2 раза) разброс величин  $(\tau)_c$  в идентичных кристаллах наблюдается при различном соотношении ширины и толщины кристалла ( $w/d$ ) [95]. Наиболее воспроизводимые результаты, как правило, получаются при использовании кристаллов с квадрат-

ным поперечным сечением, возможно, потому, что при этом имеется почти равная вероятность скольжения по любой из четырех первичных плоскостей скольжения.

### Влияние состояния поверхности

Состояние поверхности керамического материала необходимо учитывать по двум причинам. Во-первых, как указывалось выше, при обычных технологических операциях на поверхности кристаллов могут очень легко зарождаться полупетли подвижных дислокаций. Во-вторых, поверхность может содержать микротрещины, которые под действием напряжения могут расти и приводить к преждевременному разрушению (см. раздел 1.1).

Тщательные эксперименты показали, что движение первых нескольких дислокационных петель в плоскостях (110) кристаллов MgO начинается из источников, находящихся на поверхности [96]. Так как вросшие дислокации неподвижны, то эти наблюдения позволяют предположить, что полированный кристалл, не содержащий источников дислокаций, будет выдерживать большое напряжение без текучести. Это было продемонстрировано при испытаниях кристаллов MgO на растяжение (рис. 25) [97, 98]. В кристаллах, содержащих большое количество источников под-

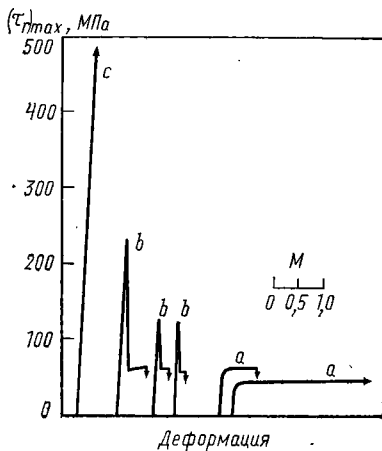


Рис. 25. Кривые растягивающее напряжение — деформация для кристаллов MgO, прошедших различную обработку: *a* — полноразмерные и обданные порошок; *b* — полированные; *c* — отожженные при 2000°С и полированные; *M* — масштаб удлинения, %

вижных дислокаций в результате обдывания их порошок, полосы скольжения возникают при комнатной температуре при ~20 МПа, а макроскопическое течение происходит при ~40 МПа. В этом состоянии кристаллы весьма пластичны (часто отмечаются деформации в 5% и выше). Более того, практически идентичные кривые напряжение—деформация получаются, если кристалл содержит только один источник подвижной дислокации или если поверхность повреждена настолько, что плотность источников велика [99]. Это легко понять, если учесть, что на краю одной единственной полосы скольжения может происходить обильное размножение дислокаций. Поэтому величина  $\rho_m$  в уравнении (1.28) очень быстро растет, пока не становится приблизительно равной плотности подвижных дислокаций в кристалле, содержащем большое количество источников. Следует также отметить, что, даже если  $\rho_m$  несколько ниже в кристалле, содержащем только один источ-

ник, чем в сильно поврежденном кристалле, та же самая скорость деформации сдвига может быть достигнута путем увеличения  $v_{dis}$  уже при незначительном изменении напряжения пластического течения, так как скорость дислокаций отличается высокой чувствительностью к напряжению (см. рис. 17).

Удаление всех источников подвижных дислокаций при очень тщательной химической полировке и осторожном укреплении образца в захватах для растяжения позволяет получить кристаллы, в которых скольжение может возникать только от внутренних источников. В этом случае, как показано на рис. 25, кристаллы упруго деформируются до напряжений  $\sim 200\text{--}350$  МПа, а затем появляется текучесть, происходит резкое падение напряжения до уровня, при котором имеет место движение дислокаций, и кристалл деформируется как обычно. По-видимому, источник дислокаций возникает из-за присутствия примесей; как только возник источник, может вновь происходить быстрое размножение дислокаций. Возможно, концентрация напряжений создается выделившимися частицами либо из-за разницы в термическом сжатии при охлаждении, либо вследствие химической реакции во время образования выделений. Эти концентрации напряжения затем релаксируются пластической деформацией подобно тому, как это описано для кристаллов  $\text{AgCl}$ , содержащих небольшие шарики стекла, где разница в термическом сжатии приводит к созданию призматических дислокационных петель  $\{100\}$ . Роль выделившихся частиц в зарождении подвижных дислокаций можно наблюдать на кристаллах, подвергнутых высокотемпературному отжигу при  $2000^\circ\text{C}$  для растворения примесей и последующей полировки для устранения поверхностных источников дислокаций (рис. 25). При отсутствии в кристалле источников скольжения он деформируется абсолютно упруго до уровней напряжения  $>1000$  МПа, соответствующих  $\sim \mu/120$ , т. е. примерно одной четвертой теоретической прочности на сдвиг идеального кристалла.

Такие эксперименты весьма убедительно показывают, что вросшие дислокации полностью неподвижны даже при напряжениях, приближающихся к теоретической прочности на сдвиг, ибо их движение даже на короткое расстояние очень быстро привело бы к созданию подвижных дислокационных петель путем поперечного скольжения и тем самым к макроскопической текучести кристалла. Причину такой неподвижности можно легко понять, если рассмотреть метод образования вросших дислокаций при кристаллизации расплава. Дислокации возникают в результате разрушения слоев вакансий, сконденсированных на плоскостях с плотной упаковкой. Вследствие разрушения одиночного слоя вакансий  $\{100\}$  в структуре типа каменной соли создается дефект упаковки, так как сходные ионы оказываются в тесной близости один от другого, а это требует либо смещения  $(a/2)\langle 100\rangle$  в плоскости исходного слоя вакансий, либо добавления второго слоя вакансий, чтобы восстановить правильную последователь-

ность упаковки [101]. В первом случае создаются дислокации, имеющие правильный вектор Бюргерса, но первоначально лежащие в неправильной плоскости скольжения; во втором дислокации имеют неправильный вектор Бюргерса.

Эти результаты показывают трудности, связанные с интерпретацией данных, полученных в условиях приложения обычной трех- или четырехточечной нагрузки, так как очевидно, что дислокации очень легко будут внедряться по линиям контакта с нагружающими призмами.

### *Влияние концентрации примесей*

*Экспериментальные примеры влияния примесей.* Все керамические материалы содержат некоторое количество примесей<sup>1</sup>, и колебанием уровня содержания примесей часто объясняют заметную разницу механических свойств номинально идентичных кристаллов. Как будет показано ниже, небольшие изменения концентрации примесей в кристаллах часто приводят к большим изменениям в их пластическом поведении. Несмотря на то что обсуждаемые в данном разделе примеры относятся к сравнительно простым системам, следует подчеркнуть, что подобные эффекты можно ожидать и в более сложных структурах, хотя при этом может быть трудно отдельно учитывать влияние уровня содержания примесей из-за других, сопутствующих изменений микроструктуры.

Примеси в керамическом материале присутствуют либо в виде выделившихся частиц, либо в твердом растворе, и их влияние на пластическое течение двояко. Во-первых, они могут запирают некоторые дислокации на месте, так что происходит уменьшение плотности подвижных дислокаций, а, во-вторых, они могут препятствовать движению дислокаций через решетку, так что происходит уменьшение средней скорости дислокаций [см. уравнение (1.28)]. Очевидно, что в обоих случаях прочность кристалла возрастает.

Влияние уровня содержания примесей иллюстрируется диаграммой напряжение—прогиб (рис. 26), полученной при испытании на изгиб кристаллов  $MgO$  с тремя различными уровнями содержания железа [104]. У кристаллов с содержанием 0,001% Fe имеет место резкое торможение кривой при очень низком уровне напряжения; у кристаллов с содержанием 0,003 и 0,3% Fe торможение наступает постепенно и происходит при значительно более высоких уровнях напряжения. Важно отметить, что основные изменения в поведении этого материала появляются при очень низких уровнях содержания примесей. Зависимость  $(\tau_r)_c$  от температуры для кристаллов  $NaCl$ , содержащих соответственно

---

<sup>1</sup> Уровень содержания примесей в высокочистых монокристаллах  $MgO$  и  $NiO$  обычно составляет 0,01—0,025% [102, 103]; для сравнения укажем, что кристаллы промышленной чистоты часто имеют более 0,1% примесей.

0,0002 и 0,002 %  $\text{Ca}^{2+}$  и испытанных на сжатие с постоянной скоростью деформации  $1,9 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  [105], представлена на рис. 27. В данном случае увеличение концентрации примесей всего лишь до 0,002% приводит к повышению атермического плато (область II на рис. 20) и вследствие большего числа препятствий,

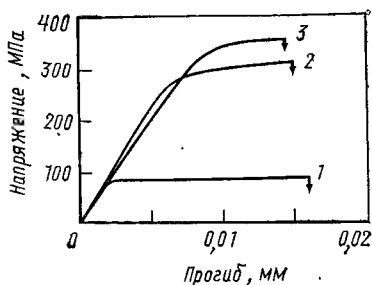


Рис. 26. Кривые напряжение — прогиб для кристаллов  $\text{MgO}$  с различным содержанием железа, %:  
1 — 0,001; 2 — 0,003; 3 — 0,3

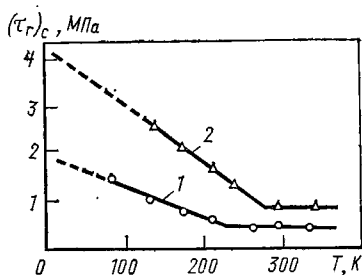


Рис. 27. Зависимость критической величины проекции касательного напряжения от температуры для кристаллов  $\text{NaCl}$ , содержащих 0,0002 (1) и 0,002% (2) ионов  $\text{Ca}^{2+}$

находящихся в плоскости скольжения, температурная чувствительность в области термической активации (область I на рис. 20) намного больше.

Форма кривой напряжение—деформация также зависит от концентрации примесей, как это видно из результатов испытания на сжатие при 294 К кристаллов  $\text{NaCl}$  с различным содержанием

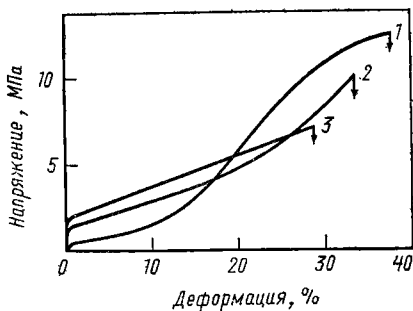


Рис. 28. Кривые напряжение сжатия—деформация, полученные при 294 К для кристаллов  $\text{NaCl}$  с различным содержанием ионов  $\text{Ca}^{2+}$ , %:  
1 — 0,0002; 2 — 0,0033; 3 — 0,0064

$\text{Ca}^{2+}$  (рис. 28) [106]. При минимальном уровне содержания  $\text{Ca}^{2+}$  отмечается самая низкая  $(\tau_r)_c$ , но при этом и значительно более короткая стадия I. Существует также общая тенденция, наблюдаемая у ряда щелочных галогенидов, содержащих добавки двухвалентных ионов, к некоторому увеличению степени деформационного упрочнения на стадии I при увеличении концентрации примесей [106—108]. Кроме того, наблюдалось, что в кристаллах  $\text{LiF}$  присутствие 0,08%  $\text{Mg}^{2+}$  подавляет обычное трехстадийное деформационное упрочнение и приводит к одностадийному, при-

чем степень деформационного упрочнения оказывается примерно на порядок выше, чем у высокочистого LiF на стадии I [109]. Была разработана теория деформационного упрочнения, которая, по-видимому, объясняет многие эксперименты, проведенные с кристаллами щелочных галогенидов [110, 111].

*Упрочнение при образовании твердого раствора и дисперсионное упрочнение.* Примеси, существующие в виде когерентных частиц, более эффективны при торможении движения дислокаций, а следовательно, в качестве упрочняющих агентов, чем примеси в твердом растворе. Так как во всех случаях должна соблюдаться электронейтральность, то упрочняющее влияние примесей в твер-

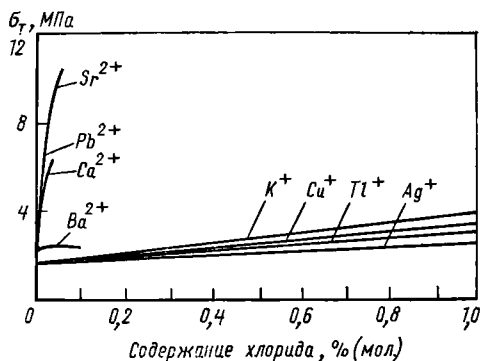


Рис. 29. Зависимость предела текучести при комнатной температуре от содержания в кристаллах NaCl растворенных одно- и двухвалентных хлоридов

дом растворе сильно зависит от валентности иона примеси. Простое упрочнение при образовании твердого раствора наблюдается, когда валентность иона добавленной примеси та же, что и замещаемого им иона. Примерами такого упрочнения являются добавки AgBr к AgCl [112] и KBr к KCl [113]. Сложное «твердорастворное» упрочнение наблюдается, когда валентность иона добавленной примеси отличается от валентности замещаемого им иона, так как в этом случае необходимо также внедрить эквивалентное число вакансий, чтобы сохранить электронейтральность. Примером такого упрочнения могут служить кристаллы LiF, прочность которых увеличивается на порядок при добавлении небольшого количества MgF<sub>2</sub> [114].

На рис. 29 представлена зависимость предела текучести кристаллов NaCl, испытанных при комнатной температуре, от валентности примесных ионов, из которой видно, что двухвалентные примесные ионы значительно более эффективно, чем одновалентные, увеличивают предел текучести. Подобный же эффект наблюдается у кристаллов MgO, где трехвалентные ионы Fe<sup>3+</sup> приводят к значительно большему упрочнению, чем двухвалентные ионы Ni<sup>2+</sup> (рис. 30). Например, ( $\tau$ )<sub>c</sub> кристаллов MgO, содержащих  $\sim (6 \pm 1) \cdot 10^{-4}\%$  Fe в виде ионов Fe<sup>3+</sup>, составляет  $\sim 10,2 \pm \pm 0,7$  МПа, а у кристаллов, подвергнутых восстановительной

термообработке при  $2000^{\circ}\text{C}$  с целью получения ионов  $\text{Fe}^{2+}$ , эта величина снижается до  $\sim 7,5 \pm 0,7$  МПа [117].

Образование выделений, как правило, ведет к намного большему упрочнению кристалла<sup>1</sup>, чем примеси в твердом растворе,

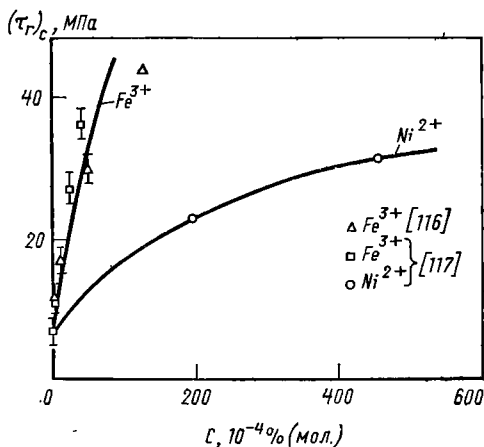


Рис. 30. Зависимость критической величины проекции касательного напряжения при комнатной температуре от молярной концентрации  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Ni}^{2+}$  в кристаллах  $\text{MgO}$

как это показано на диаграмме сжимающее напряжение—деформация для системы  $\text{NaCl—AgCl}$  (рис. 31) [119]. Как следует из фазовой диаграммы, приведенной на рис. 32, в этой системе при содержании от 10 до 80% (мол.)  $\text{NaCl}$  при комнатной температуре

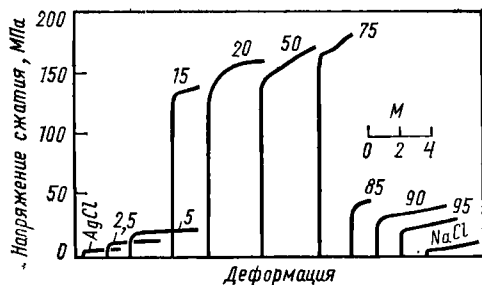


Рис. 31. Кривые напряжение сжатия—деформация, полученные при комнатной температуре для монокристаллов сплавов в системе  $\text{NaCl—AgCl}$ . Цифры на кривых — содержание  $\text{NaCl}$  % (мол.)  $M$  — масштаб деформации, %

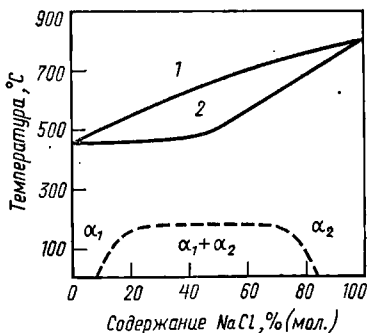


Рис. 32. Фазовая диаграмма системы  $\text{AgCl—NaCl}$ : 1 — жидкая фаза; 2 — жидкая и твердая фазы

существует область взаимной нерастворимости. Поэтому умеренное повышение кривых напряжение—деформация при очень низких и очень высоких концентрациях  $\text{NaCl}$  происходит благодаря простому твердорастворному упрочнению, тогда как очень силь-

<sup>1</sup> Как будет показано ниже, при очень низких температурах дисперсионное упрочнение менее эффективно, чем твердорастворное [118].

ный рост кривых, наблюдаемый при содержании 15—75% (мол.) NaCl, связан с дисперсионным упрочнением. Среди других примеров дисперсионного упрочнения можно привести шпинель, содержащую избыток  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [120], MgO, сплавленный с Fe [121—124], и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , сплавленный с Ti [125].

Дополнительный эффект наблюдали в предварительно отожженных при  $\sim 1000^\circ\text{C}$  кристаллах MgO промышленной чистоты, в которых при температуре выше  $\sim 500^\circ\text{C}$  происходит образование выделений, состоящих из малых примесей. Эти выделения приводят к повышению предела текучести с ростом температуры от 500 до  $800^\circ\text{C}$  [126, 127]. Имеются прямые доказательства, полученные микроскопическим исследованием, что при температуре выше  $1000^\circ\text{C}$  выделения переходят в раствор, но когда твердый раствор нагревают примерно до  $800^\circ\text{C}$ , происходит повторное образование выделений [128]. Этот эффект не наблюдается в кристаллах MgO с очень низкой концентрацией ионов  $\text{Fe}^{3+}$  ( $\leq 0,06\%$ ), испытанных в атмосфере аргона [116].

Интересно отметить, что в некоторых случаях, особенно при высоких температурах, прочность твердорастворных сплавов может быть ниже, чем чистого материала. Это было наглядно показано в системе MgO—NiO, где небольшие количества NiO увеличивали предел текучести при сжатии MgO почти в четыре раза при комнатной температуре [129], в то время как при температурах выше  $1200^\circ\text{C}$  твердорастворный сплав был менее прочен, чем чистый MgO [130]. Потеря прочности данным сплавом, возможно, происходит вследствие его восстановления в печи при удалении кислорода и выделения избыточного никеля. В результате этого создается избыток вакансий, которые подвижны настолько, что могут содействовать неконсервативному движению дислокаций при этих температурах. На основании этих экспериментов было высказано предположение, что и другие простые твердые растворы MgO с изоморфными оксидами (например, FeO, MnO) должны вести себя подобным же образом в восстановительной среде, тогда как CaO в MgO должен сохранять упрочняющее воздействие, так как этот оксид более стабилен, чем MgO, при повышенных температурах [130].

У кристаллов щелочных галогенидов с добавками двухвалентных ионов, по-видимому, существует прямая зависимость между пределом текучести и твердостью [131, 132]. Это демонстрируется на примере четырех галогенидов (рис. 33); здесь длинная ось индентора при испытаниях на твердость по Кнупу была ориентирована в направлении [100]. Результаты приведены как для неотожженных монокристаллов, так и для отожженных при температуре  $\sim 700^\circ\text{C}$ . Так как было показано, что примеси ионов  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$  в KCl дают результаты, как на основной кривой для KCl (рис. 33, а) [131], а наклон линий для всех четырех галогенидов практически одинаков, то, по крайней мере, для технических приложений можно давать достаточно точную оценку



предела текучести кристаллов, содержащих примеси, по одному только измерению твердости<sup>1</sup>.

Интерес к различным методам упрочнения кристаллов щелочных галогенидов в последнее время значительно возрос, так как благодаря своим отличным оптическим свойствам при длине волны 10,6 мкм эти материалы являются основными кандидатами на использование их в качестве инфракрасных окон мощных лазеров на диоксиде углерода. Было исследовано несколько способов повышения механической прочности кристаллов, включая твердорастворное упрочнение [133—135], дисперсионное упроч-

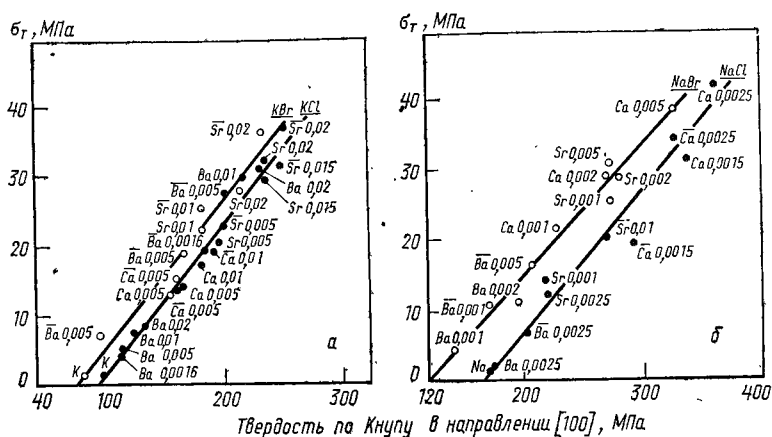


Рис. 33. Зависимость предела текучести от показателя твердости по Кнупу для кристаллов KBr, KCl (а) и NaBr, NaCl (б); чертой отмечены данные для кристаллов, отожженных при  $\sim 700^\circ\text{C}$ . Указано общее количество добавки

нение [135] и получение поликристаллического материала из монокристаллов прессованием [136] и горячей прокаткой [137].

*Состояние дисперсии примесей.* Из приведенного выше обсуждения следует, что важно знать состояние дисперсии примесей в кристалле, т. е. существуют ли они как изолированные точечные дефекты или как агрегаты. Это демонстрируется приведенными на рис. 34 результатами экспериментов с кристаллами LiF с двумя различными уровнями содержания примесей; кристаллы либо охлаждались на воздухе со скоростью  $\sim 50^\circ\text{C}/\text{мин}$  (пунктирная линия), либо медленно охлаждались в печи со скоростью  $0,002^\circ\text{C}/\text{мин}$  (сплошная линия) [78]. Для «чистых» кристаллов с содержанием  $0,0003\%$  ионов  $\text{Mg}^{2+}$  нет различия между двумя скоростями охлаждения; вдобавок отмечается весьма умеренное возрастание ( $\tau_r$ )<sub>c</sub> при очень низких температурах (область I

<sup>1</sup> Следует подчеркнуть, что это предположение относится только к щелочным галогенидам. Эксперименты показывают, что другие кристаллические структуры могут вести себя иначе (например, галогениды Tl с галогенидами, имеющими структуру CsCl) [131].

на рис. 20). Напротив, для загрязненных кристаллов с содержанием 0,0075% ионов  $Mg^{2+}$  отмечается заметная разница в поведении в зависимости от скорости охлаждения. У кристаллов, охлажденных на воздухе, атермическое плато (область II на рис. 20) лишь не намного выше, чем у «чистых» кристаллов, но зато происходит исключительно быстрый подъем  $(\tau_r)_c$  при низких температурах. У медленно охлажденных кристаллов атермическое плато значительно выше, но подъем  $(\tau_r)_c$  при низких температурах настолько незначителен, что  $(\tau_r)_c$  при самой низкой температуре испытания (20,5 К) оказывается меньше, чем у кристаллов, охлажденных на воздухе.

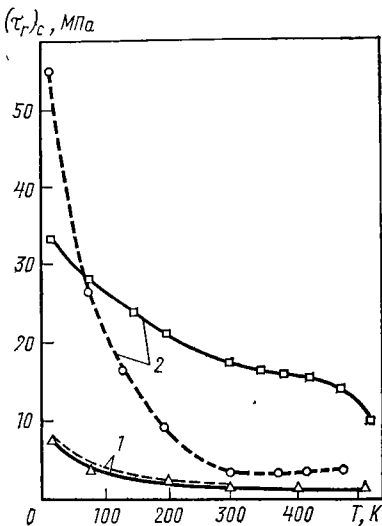


Рис. 34. Критическая величина проекции касательного напряжения в зависимости от температуры для кристаллов LiF с двумя различными уровнями содержания примесей: 1 — чистый LiF (0,0003%  $Mg^{2+}$ ); 2 — загрязненный LiF (0,0075%  $Mg^{2+}$ )

ных температурах, но могут быть мало полезны для упрочнения при низких температурах.

**Закалочное разупрочнение и закалочное упрочнение.** Некоторые дополнительные сложности возникают при интерпретации примесных эффектов в частности, относящихся к способности материала с добавками разупрочняться или упрочняться при закалке. Так, присутствие в LiF ионов  $Mg^{2+}$  приводит к закалочному разупрочнению при комнатной температуре, поэтому быстро охлажденный (на воздухе) кристалл мягче, чем медленно охлажденный (рис. 34). Однако в некоторых случаях [138] может иметь место противоположный эффект, как показано на рис. 35 для NaCl, содержащего 0,043% ионов  $Cd^{2+}$  [139, 140]. В этом случае кристаллы показывают весьма значительное закалочное упрочнение вплоть до  $\sim 250^\circ \text{C}$ . При более высоких температурах прочность кристаллов обоих типов идентична. Пиковые значения то-

Такие результаты получены потому, что медленное охлаждение ведет к скоплению частиц примесей и образованию выделений. Так как скопления примесей имеют поля напряжений дальнего действия, это увеличивает  $(\tau_r)_c$  в атермической области, тогда как быстрое охлаждение на воздухе ведет к сохранению примесей в виде изолированных точечных дефектов, а они имеют поля напряжений ближнего действия, которые могут быть преодолены термической активацией (область I). Результаты графически иллюстрируют важность тепловой обработки при изготовлении керамики, так как агрегаты могут способствовать упрочнению керамического материала при умерен-

чек, приведенных на рис. 35, при  $\sim 250^\circ \text{C}$  связаны с сильным падением предела текучести; длина стрелок обозначает величину падения предела текучести.

Подобные результаты появились благодаря тому, что медленно охлажденные кристаллы содержат выделения в виде больших сгустков  $\text{CdCl}_2 \cdot 6\text{NaCl}$ , а также ионов  $\text{Cd}^{2+}$ , агрегированных на дислокациях. Измерения методом электронного спинового резонанса показывают, что эти последние выделения исчезают при нагревании до  $\sim 175^\circ \text{C}$ , и поэтому рост механической прочности, наблюдаемый при этой температуре, приписывается растворению выделений и образованию свободных диполей. Напротив, рост прочности охлажденных на воздухе кристаллов относится на счет свободных диполей в матрице и появления локального сгущения при охлаждении на воздухе. Эти результаты демонстрируют значительную сложность, связанную с присутствием примесей даже в сравнительно малых концентрациях.

*Подвижность дислокаций, контролируемая примесями.* Имеющиеся экспериментальные данные показывают, что пластическое

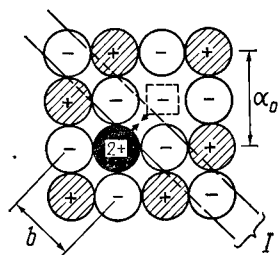


Рис. 36. Комплекс двухвалентный ион — катионная вакансия на плоскости (100) структуры типа каменной соли ( $l$  — плоскости скольжения, проходящие через комплекс)

течение во многих ионных кристаллах при низких температурах в решающей степени зависит от концентрации примесей. Следовательно, пластическое течение обусловлено не только преодолением напряжения Пайерлса, и поэтому необходимо использовать механизм, основанный на присутствии примесей.

Результаты, полученные для  $\text{LiF}$ , могут быть объяснены, если принять во внимание, что двухвалентные ионы примесей в решетке спариваются с катионными вакансиями, производя тетрагональные искажения, как показано на рис. 36 для плоскости (100). Для объяснения твердорастворного упрочнения вследствие

присутствия комплексов двухвалентный ион — катионная вакансия были разработаны две теории, основанные соответственно на упругих и электростатических эффектах.

1. Теория твердорастворного упрочнения, основанная на упругом взаимодействии. Установлено, что тетрагональные дефекты

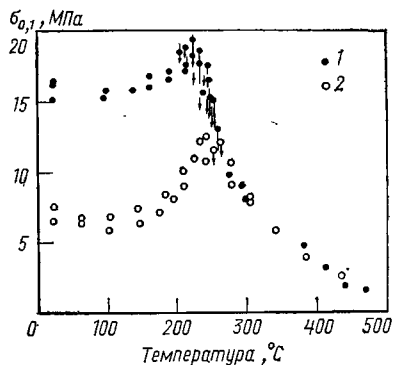


Рис. 35. Зависимость предела текучести  $\sigma_{0.1}$  от температуры у охлажденных на воздухе (1) и медленно охлажденных (2) кристаллов  $\text{NaCl}$ , содержащих 0,043% ионов  $\text{Cd}^{2+}$

оказывают очень сильное влияние на предел текучести кристалла [141] и что они способны давать значительное увеличение прочности, или «быстрое упрочнение». Был разработан механизм упрочнения, который исходит из предположения, что дислокация движется в единственной плоскости скольжения и сильно взаимодействует с дефектами, лежащими в этой плоскости в пределах одного межатомного расстояния [142]. При температуре абсолютного нуля напряжение, необходимое для движения дислокаций, соответствует максимальной тормозящей силе, создаваемой тетрагональным дефектом. При температурах выше абсолютного нуля часть усилия, необходимого для движения дислокации,

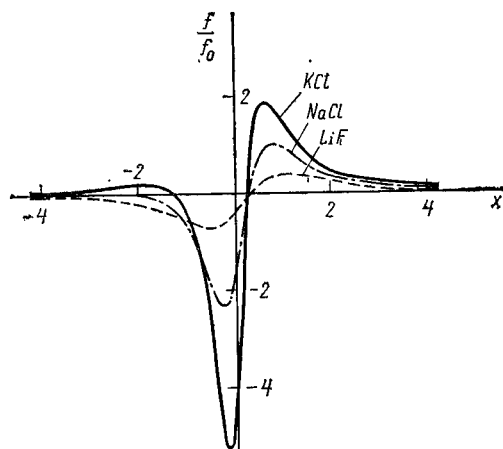


Рис. 37. Зависимость нормализованной силы  $f/f_0$  от расстояния  $x$  при взаимодействии между винтовой дислокацией  $(a/2) \langle 110 \rangle$  и тетрагональным дефектом  $\langle 110 \rangle$  для трех различных щелочных галогенидов

обеспечивают термические флуктуации. Уже после того, как была опубликована исходная теория, были сделаны некоторые важные усовершенствования, такие как распространение этой теории на краевые дислокации [143], внесение положения о зависящем от напряжения расстоянии между препятствиями [144, 145] и разработка уточненных зависимостей сила—расстояние при взаимодействии винтовых дислокаций с тетрагональными дефектами при учете анизотропии кристалла [146]. На рис. 37 показаны кривые зависимости нормализованной силы  $f/f_0$  от расстояния  $x$  при взаимодействии между винтовой дислокацией  $(a/2) \langle 110 \rangle$  и тетрагональным дефектом  $\langle 110 \rangle$  для кристаллов трех различных щелочных галогенидов; эти кривые иллюстрируют влияние анизотропии на амплитуду силы в зависимости от расстояния.

Эксперименты показывают, что твердорастворное упрочнение приводит к линейному соотношению между  $\tau^{*1/2}$  и  $T^{1/2}$ , где  $\tau^*$  — эффективное напряжение сдвига, равное  $(\tau_r)_0$  минус атермическое

напряжение<sup>1</sup>. На рис. 38 это показано для «чистых» ( $7,5 \times 10^{-4}\%$   $Mg^{2+}$ ) и легированных ( $150 \cdot 10^{-4}\%$   $Mg^{2+}$ ) монокристаллов LiF, которые были отожжены при 823 К и охлаждались либо быстро (БО), либо медленно (МО) [145]. Как видно из данных, приведенных на рис. 34, поведение «чистых» кристаллов не зависит от их термической истории. Температура  $T_c$  представляет собой температуру перехода от термически активированного поведения при низких температурах к атермическому поведению при более высоких температурах (области I и II на рис. 20), и эта температура одинакова ( $\sim 420$  К) для всех данных кристаллических типов независимо от уровня содержания примесей и термической обработки.

Хотя исходная теория твердорастворного упрочнения была разработана на основе предположения о постоянстве расстояния между препятствиями, противодействующими движению дислокаций [142], под действием эффективного напряжения дислокации изгибаются между препятствиями, а это увеличивает вероятность того, что дислокация встретится с дефектом. Поэтому эффективное расстояние между препятствиями уменьшается, что приводит к зависимости расстояния между препятствиями от напряжения в соответствии с уравнением [148, 149]

$$d_{ob} = (\mu b / N_{ob} \tau^*)^{1/3}, \quad (1.31)$$

где  $N_{ob}$  связано с концентрацией тетрагональных дефектов  $C_t$  соотношением  $N_{ob} \approx 16C_t/3b^3$ . Форма уравнения (1.31) была подтверждена моделированием с помощью ЭВМ движения дислокаций через строй хаотично расположенных препятствий [150].

Используя расстояние между препятствиями, найденное по уравнению (1.31), получим  $\tau_0^*$  [145]:

$$\tau_0^* \approx 0,58 \mu^{-1/2} (\psi_0/b^2)^{3/2} C_t^{1/2}, \quad (1.32)$$

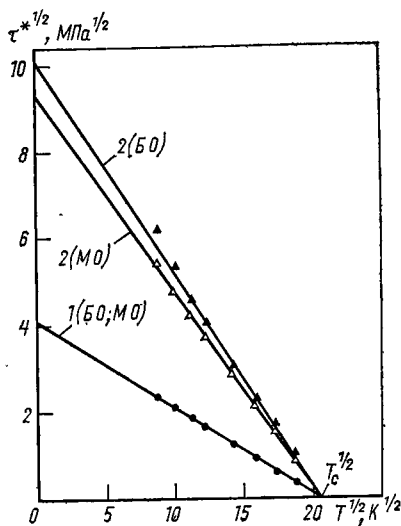


Рис. 38. Зависимость  $\tau^{*1/2}$  от  $T^{1/2}$  для чистых (1) и легированных (2) кристаллов LiF, быстро и медленно охлажденных (БО и МО)

<sup>1</sup> Линейная зависимость между  $\tau^{*1/2}$  и  $T^{1/2}$  была получена теоретически [142], но отмечалось, что такая зависимость является прямым следствием простой функциональной формы уравнения, выбранного для аппроксимации расчетной зависимости сила—расстояние [147].

где взаимодействие между дефектом и винтовой дислокацией выражено как

$$\psi_0 = (3b^2 c_{44} \Delta \epsilon_d / 4\pi) (b/d_d)^2. \quad (1.33)$$

Сделав допущение, что  $d_d \approx b$  [141], можно получить по данным рис. 38 приближенные значения  $\Delta \epsilon_d$  0,6 и 0,5 для взаимодействия дефекта с винтовыми и краевыми дислокациями соответственно. Эти величины близки к значениям, которые приводились для других щелочных галогенидов [107, 133, 142], MgO [151] и других систем, в которых также происходит быстрое упрочнение (например, углерод в чугунах [152]).

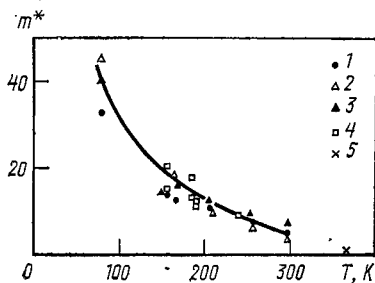


Рис. 39. Зависимость  $m^*$  от температуры для чистых и легированных кристаллов LiF, охлажденных быстро (БО) и медленно (МО). Сплошная линия — теоретическая кривая, рассчитанная по уравнению (1.35): 1 — чистый (МО и БО); 2 — легированный (МО); 3 — легированный (БО); 4 —  $m^* = (\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \ln \tau^*) \rho_m$ ; 5 — по данным работы [156]

Скорость дислокаций может быть выражена степенным законом (см. рис. 17) следующего вида:

$$v_{dis} = \beta' (\tau^*)^{m^*}, \quad (1.34)$$

где  $\beta'$  и  $m^*$  зависят от температуры. В соответствии с теориями, разработанными как для случаев, когда расстояние между препятствиями не зависит от напряжения [142], так и для случаев, когда оно зависит от напряжения [145], показатель уравнения зависимости скорости дислокаций от напряжения дается выражением

$$m^* = \left( \frac{\partial \ln v_{dis}}{\partial \ln \tau^*} \right)_T = \frac{\psi_0 b}{kT} \left[ \left( \frac{\tau^*}{\tau_0^*} \right)^{1/2} - \left( \frac{\tau^*}{\tau_0^*} \right) \right]. \quad (1.35)$$

Вследствие того, что  $(\tau^*/\tau_0^*)$  не зависит от  $C_t$  при постоянной температуре (рис. 38), следует, что  $m^*$  изменяется с температурой, но не зависит от концентрации дефектов. Поэтому предположение, что экспериментальные расхождения величин  $m^*$ , полученных при комнатной температуре, связаны с изменениями уровня содержания примесей [153, 154], оказывается несостоятельным.

Показатель  $m^*$  также может быть определен по зависимости изменения скорости деформации сдвига  $\dot{\gamma}$  от  $\tau^*$  при постоянной дислокационной структуре, поскольку [155]

$$m^* = (\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \ln \tau^*) \rho_m. \quad (1.36)$$

На рис. 39 экспериментальные значения  $m^*$ , полученные двумя этими методами для кристаллов LiF, характеристика которых

дана на рис. 38, приведены вместе с теоретической кривой, полученной по уравнению (1.35). Результаты эксперимента находятся в хорошем соответствии с теорией, а также согласуются с величиной  $m^* \approx 1$ , полученной для «чистых» ( $1 \cdot 10^{-4}\%$   $Mg^{2+}$ ) и «легированных» ( $80 \cdot 10^{-4}\%$   $Mg^{2+}$ ) кристаллов при измерении скорости аннигиляции изолированных диполей винтовых дислокаций в температурном диапазоне 373—473 К [156].

Существует также несколько других методов определения  $m^*$ , включающих измерения релаксации напряжения [157] и зави-

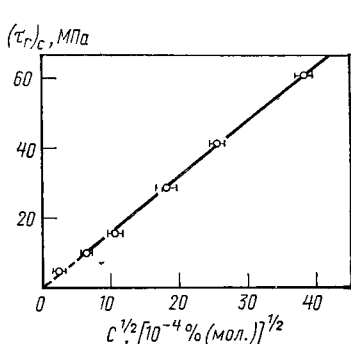


Рис. 40. Зависимость критического величин проекции касательного напряжения от концентрации ионов  $Ca^{2+}$  в легированных кристаллах NaCl

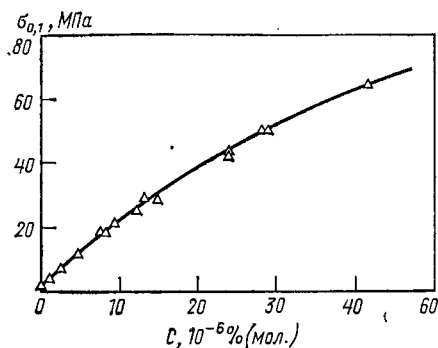


Рис. 41. Зависимость предела текучести  $\sigma_{0,1}$  от концентрации ионов  $Ca^{2+}$  в кристаллах NaCl при комнатной температуре

симости скорости деформации от предела текучести [158]. Ниже приведены экспериментальные значения  $m^*$  для кристаллов LiF, полученные различными методами измерения при комнатной температуре:

По ямкам травления . . . . .	15—25 [334]; 13,5 [335]; 6,0 [337]; 11,2 [154]
По чувствительности скорости деформации . .	14,5±2 [336]; 6,0 [338]; 2,5—7,5 [145]
По зависимости скорости деформации от предела текучести . . . . .	≤10 [158]
По релаксации напряжения . . . . .	6,0±1 [153]; 6,0 [338]

Кроме того, теория предсказывает, что  $\tau^*$  пропорционально  $C^{1/2}$ . Это согласуется со многими данными в низкотемпературной области, как показано на рис. 40 для  $Ca^{2+}$  в кристаллах NaCl при 20,5 К [159]. При более высоких температурах, однако, результаты часто оказываются в лучшем соответствии с линейной зависимостью в области низких концентраций, например до  $\sim 0,09\%$  ионов  $Ca^{2+}$  в NaCl при комнатной температуре [139, 160], как показано на рис. 41, хотя при более высоких концентрациях вновь наблюдается зависимость от  $C^{1/2}$ . Несостоятельность этой теории при повышенных температурах может быть следствием

того, что диполь примесь—вакансия рассматривается в ней как жесткий дефект, а при высоких температурах это неверно, поскольку тогда диполи способны переориентироваться в деформационном поле дислокации и тем самым понижать упругую энергию системы. В соответствии с теорией переориентации диполей [161], тормозящая сила при этом практически не зависит от температуры (т. е. поведение является атермическим) и эффективное напряжение прямо пропорционально концентрации. Эти предсказания хорошо согласуются с результатами высокотемпературных экспериментов с NaCl с добавкой  $\text{Ca}^{2+}$  и LiF с добавкой  $\text{Mg}^{2+}$ .

2. *Электростатическая теория твердорастворного упрочнения.* Электростатическая теория была разработана в связи с кажущимися недостатками упругой теории. Эти трудности можно оценить при рассмотрении рис. 42, на котором предел текучести при комнатной температуре  $\sigma_t$  нанесен как функция  $C^{1/2}$

для охлажденных на воздухе кристаллов KCl, KBr, NaCl и NaBr с различным содержанием добавок двухвалентных ионов ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  и  $\text{Ba}^{2+}$ ) [133]. Результаты показывают, что в пределах экспериментального разброса  $\sigma_t$  зависит только

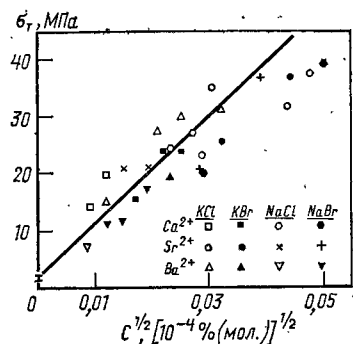


Рис. 42. Зависимость предела текучести при комнатной температуре от концентрации для кристаллов KCl, KBr, NaCl и NaBr с различным содержанием добавок двухвалентных ионов

от уровня концентрации, а не от свойств добавки двухвалентного иона или типа кристалла—хозяина.

В соответствии с «упругой» теорией (при зависящих от напряжения расстояниях между препятствиями) [145], эффективный предел текучести при абсолютном нуле определяется уравнением (1.32) и между  $\tau^{*1/2}$  и  $T^{1/2}$  существует линейное соотношение. В табл. 2 и 3 приведены некоторые свойства исходных солей и двухвалентных ионов. Хотя колебания параметров кристаллической решетки и статической диэлектрической проницаемости у этих четырех материалов довольно малы, имеются большие расхождения в жесткости при сдвиге, которые должны были бы отразиться на значениях  $\mu$  в уравнении (1.32) и  $\psi_0$  в уравнении (1.33); существуют также важные расхождения в величинах ионных радиусов и ионной поляризуемости, которые должны повлиять на значения  $\Delta\epsilon_d$  и, следовательно,  $\psi_0$ . Поскольку, согласно рис. 42, разница ионных зарядов основного материала и иона двухвалентной добавки является единственной неизменной характеристикой упрочнения при комнатной температуре, возможно, что теория, основанная на упругости, не вполне верна; поэтому в качестве альтернативного подхода была разработана электростатическая теория.



ТАБЛИЦА 2  
СВОЙСТВА ИСХОДНЫХ СОЛЕЙ

Показатели	KBr	KCl	NaBr	NaCl	Среднее	$\Delta x / \langle x \rangle$
$c_{44}$ , $10^3$ МПа . . .	5,2	6,5	11,0	13,0	8,93	0,87
$\alpha_0$ , Å . . . . .	6,60	6,29	5,97	5,64	6,13	0,16
$\chi$ (статическая) . . .	4,78	4,70	5,99	5,68	5,29	0,24
Ионная рефракция . . .	14,2	10,9	12,7	9,2	11,8	0,43

ТАБЛИЦА 3  
СВОЙСТВА ДВУХВАЛЕНТНЫХ ИОНОВ

Показатели	Ba <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Sr <sup>2+</sup>	Среднее	$\Delta x / \langle x \rangle$
Радиус, Å . . . . .	1,35	0,99	1,13	1,16	0,31
Ионная рефракция (поляризуемость) . . . . .	4,30	1,35	2,30	2,65	1,11

В соответствии с этой теорией [162], комплексы двухвалентный ион—катионная вакансия представляют собой значительное местное препятствие движению дислокаций, так что усилие, необходимое для сдвига комплекса, приблизительно равно прочности сцепления комплекса. Из рис. 42 следует, что

$$\sigma_T = \omega_0 + \kappa_0 C_t^{1/2}, \quad (1.37)$$

где  $\omega_0 \ll \kappa_0$ . Для гипотетического случая, когда  $C_t = 1$  (чистый комплекс),  $\sigma_T$  равен  $\kappa_0$  и по оценке изменения электростатической энергии при срезании комплекса дислокацией было показано, что

$$\kappa_0 = 4,7e^2 / K\alpha_0^4, \quad (1.38)$$

где  $e$  — заряд электрона. Уравнение (1.38) дает величину  $\kappa$ , которая только на 16% выше экспериментального значения для четырех щелочных галогенидов<sup>1</sup>, показанных на рис. 42, тем самым хорошо поддерживая принципиальные положения электростатической теории.

Подобный же подход был применен при оценке упрочнения кристаллов MgO, где для компенсации каждого двух трехвалентных ионов, внедренных в решетку MgO, требуется одна катионная вакансия. В этом случае тетрагональный дефект состоит из комплекса трехвалентный ион — катионная вакансия; применяя электростатическую теорию к экспериментальным данным, полученным при добавлении ионов Al<sup>3+</sup>, Cr<sup>3+</sup> и Fe<sup>3+</sup> к MgO, снова достигают очень хорошего совпадения экспериментальной вели-

<sup>1</sup> Из экспериментальных данных (см. рис. 42)  $\omega_0 \approx 1,5$  МПа, а  $\kappa_0 \approx 920$  МПа, тогда уравнение (1.38) дает  $\kappa_0 \approx 1100$  МПа.

ны  $\chi_0$  и значения, рассчитанного по уравнению (1.38) [163]. Это позволяет предположить, что существует сходство между упрочнением соединений элементов группы I с элементами группы VII с добавками элементов группы II, с одной стороны, и соединений групп II—VI с добавками элементов группы III, с другой. Похоже, однако, что в таком материале, как MgO, ситуация намного сложнее, поскольку измерения методом электронного спинового резонанса в MgO с добавками железа показывают, что большая часть ( $>90\%$ ) ионов  $\text{Fe}^{3+}$  присутствует в виде одиночных неассоциированных ионов, а остальные находятся в сгустках [68]. Точная роль этих сгустков при твердорастворном упрочнении неизвестна, и существование скоплений пока не учитывается ни одной из теорий.

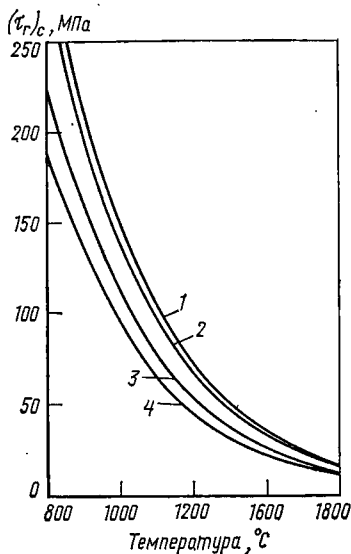


Рис. 43. Зависимость критической величины проекции касательного напряжения от температуры для кристаллов TiC как функция содержания углерода: 1 —  $\text{TiC}_{0,951}$ ; 2 —  $\text{TiC}_{0,880}$ ; 3 —  $\text{TiC}_{0,829}$ ; 4 —  $\text{TiC}_{0,794}$

Данные различия важны с конструкционной точки зрения, так как состав керамических материалов может становиться нестехиометричным при высоких температурах благодаря установлению химического равновесия с окружающей атмосферой.

Данные различия важны с конструкционной точки зрения, так как состав керамических материалов может становиться нестехиометричным при высоких температурах благодаря установлению химического равновесия с окружающей атмосферой.

### Влияние нестехиометрии

Эффект отклонения от стехиометрии зависит от температуры испытания. При низких температурах нестехиометрия приводит к упрочнению в оксидах [164, 165], сульфидах [166] и шпинелях [167]; это обусловлено возрастанием трения в кристаллической решетке вследствие взаимодействия дислокаций с точечными дефектами. При высоких температурах нестехиометрия ведет к ослаблению материала [168, 169], возможно, в результате усиления диффузии.

### Влияние давления

Эксперименты показывают, что предел текучести практически не зависит от давления: у кристаллов NaCl с ориентацией  $\langle 100 \rangle$  в области давлений до 1 МПа [171], у кристаллов LiF с ориентацией  $\langle 100 \rangle$  до 0,43 МПа [172—174] и у кристаллов MgO с ориента-

цией  $\{111\}$  между 0,1 и 0,5 МПа [175]; однако у некоторых щелочных галогенидов наблюдается сильное увеличение предела текучести с ростом гидростатического давления (например,  $\sim 9$  МПа у RbI [172]), что может быть объяснено исходя из присутствия диссоциированных дислокаций в плоскостях (110) [176]. У кристаллов NaCl напряжение, необходимое для начала деформационного упрочнения на стадии III, снижается с давлением вплоть до  $\sim 0,5$  МПа, а затем становится независимым от давления.

### Влияние переменного напряжения

По своему поведению в условиях повторной циклической нагрузки (усталости) кристаллы легко разделяются на две группы [178]. У таких кристаллов, как LiF и NaCl, в которых при комнатной температуре нелегко выявить поперечное скольжение, усталостное разрушение не наблюдается, и кристаллы могут выдерживать на-

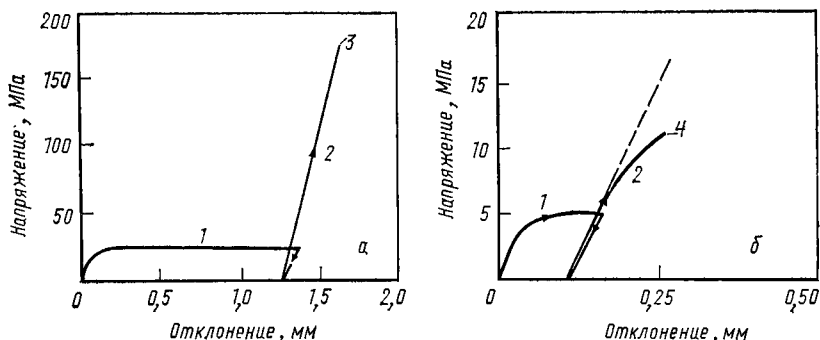


Рис. 44. Характеристика напряжение—отклонение в статических и динамических условиях для кристаллов LiF (а) и AgCl (б): 1 — статическая нагрузка; 2 — динамическая нагрузка; 3 — разрушающее напряжение; 4 — разрушение от усталости

пряжения, почти в 10 раз превышающие статический предел текучести, и более  $10^7$  циклов. У таких материалов, как MgO, это приводит к исключительно высокой прочности: например, кристалл MgO, имеющий прочность при растяжении  $\sim 100$  МПа, выдерживает максимальное растягивающее напряжение 800 МПа [179]. Однако в таких кристаллах, как AgCl, у которых поперечное скольжение легко наступает при комнатной температуре, усталостное разрушение наблюдается после менее чем  $10^6$  циклов и при напряжениях, менее чем вдвое превышающих статический предел текучести. Заметная разница между этими двумя типами поведения демонстрируется на рис. 44 характером зависимости напряжения — отклонение для кристаллов LiF и AgCl [178].

Как и при однонаправленном испытании, состояние поверхности кристалла имеет первостепенное значение при низких тем-

пературах [180, 181], но может быть менее существенно при высоких температурах, когда микрорастрескивание происходит на пересечении полос скольжения в кристалле [182].

### *Прерывистые кривые напряжение—деформация*

Прерывистое течение, или повторная текучесть, отмечалось в некоторых ионных монокристаллах [108, 116, 183—189], в частности при деформации под давлением [172]. Динамическое деформационное старение этого типа, как правило, связано с образованием примесных атмосфер вокруг медленно движущихся дислокаций. Критическая скорость деформации  $\dot{\epsilon}_c$ , при которой дислокации способны вырываться из своей атмосферы, составляет [190]

$$\dot{\epsilon}_c = \kappa^0 \rho_m C_v \exp(-Q/kT), \quad (1.39)$$

где  $\kappa^0$  — константа, а  $C_v$  — общая концентрация вакансий.

Во время пластической деформации создаются избыточные вакансии, так что

$$C_v = \beta_v(\epsilon)^{\xi_v}, \quad (1.40)$$

где  $\beta_v$  и  $\xi_v$  — константы. Обычно принимают, что  $\rho_m$  является постоянной долей общей плотности дислокаций  $\rho_t$  и что  $\rho_t$  возрастает с деформацией в соответствии с соотношением

$$\rho_t = \beta_t(\epsilon)^{\xi_t}, \quad (1.41)$$

где  $\beta_t$  и  $\xi_t$  — константы.

Подставляя уравнения (1.40) и (1.41) в уравнение (1.39), имеем

$$\ln \dot{\epsilon}_c = \beta_0 + (\xi_v + \xi_t) \ln \epsilon_0 - Q/kT, \quad (1.42)$$

где  $\beta_0$  — константа, а  $\epsilon_0$  — критическая деформация, при которой впервые наблюдается прерывистость.

В настоящее время неизвестны значения  $(\xi_v + \xi_t)$  для неметаллических монокристаллов, но сообщалось, что в поликристаллическом MgO  $(\xi_v + \xi_t) = 1,0$  [191]; эта величина весьма мала по сравнению с многочисленными экспериментальными величинами, полученными для металлов [192].

### **1.2.3. ПЛАСТИЧЕСКОЕ ТЕЧЕНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ**

Как установлено в разделе 1.2.2, пластическое течение монокристаллов — сложное явление, зависящее решающим образом от таких особенностей, как концентрация примесей (даже при очень низком ее уровне) и состояние поверхности кристалла. В поликристаллических материалах ситуация даже еще более сложна и необходимо учитывать некоторые дополнительные факторы, влияющие на скорость и величину пластического течения [193]. Эти факторы для удобства можно разделить на собственные (которые

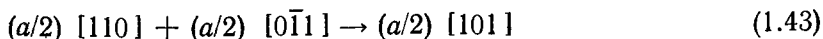
являются общими для всех поликристаллических материалов) и несобственные (которые возникают вследствие расположения примесей и пор на границах зерен в специфических керамических системах).

### *Собственные характеристики поликристаллов*

*Взаимное прорезание при скольжении в зернах.* По критерию Мизеса, описанному в общих чертах в разделе 1.2.1, монокристалл будет подвергаться общей однородной деформации посредством процессов скольжения при условии, если он имеет пять независимых систем скольжения. Между тем, для хаотично ориентированных зерен, составляющих поликристаллическую керамику, еще одним особо важным условием становится способность различных систем скольжения к взаимному прорезанию.

Хотя для большей части керамических материалов до настоящего времени было проведено весьма мало работ по исследованию взаимного прорезания систем скольжения, в MgO ситуация рассматривалась подробно с помощью монокристаллов, вытянутых при растяжении либо по продольной оси  $\langle 100 \rangle$  [194], либо по оси  $\langle 110 \rangle$  [195]. У этого материала, испытанного на растяжение, скольжение в любом участке кристалла при температуре ниже  $\sim 1300^\circ \text{C}$  ограничено единственной системой  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , так как при этих низких температурах различные системы скольжения неспособны прорезать одна другую. В этих условиях общая пластичность ограничивается концентрацией напряжений, которая возникает, когда скольжение переходит с одной плоскости на другую. При несколько более высоких температурах ( $\sim 1300\text{—}1700^\circ \text{C}$ ) системы скольжения  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , расположенные под углом  $90^\circ$  могут пересекаться, а системы, расположенные под углом  $60^\circ$  (и  $120^\circ$ ), все еще неспособны прорезать друг друга. При еще более высоких температурах, обычно выше  $\sim 1700^\circ \text{C}$ , взаимное прорезание легко происходит у систем скольжения, расположенных под углами как  $60^\circ$ , так и  $90^\circ$ .

Различия между этими двумя системами возникают потому, что пересечения под углом  $90^\circ$  по сопряженным плоскостям приводят к образованию нейтральной (незаряженной) ступеньки, тогда как пересечения наклонных плоскостей под  $60$  и  $120^\circ$  приводят к реакции согласно выражению



и тем самым к образованию дислокации, лежащей параллельно  $\langle 111 \rangle$ . Сообщалось о прямых наблюдениях этой реакции с помощью просвечивающей электронной микроскопии [56, 196]. Дислокации  $(a/2) [101]$  неподвижны при низких температурах, но довольно легко скользят при температуре выше  $\sim 1700^\circ \text{C}$ , так что в этом случае скольжение по двум системам может становиться взаимо-

проникающим. Это ведет к полностью пластичному разрушению в монокристаллах  $\text{MgO}$  выше  $\sim 1700^\circ \text{C}$  [197].

Прежде чем эти результаты можно будет перенести непосредственно на поликристаллические материалы, необходимо решить две проблемы. Во-первых, температура перехода от одного угла прорезания к другому не фиксируется, но зависит от скорости деформации таким образом, что взаимное прорезание облегчается, если снижается скорость деформации. Во-вторых, имеется важное различие между растягивающим и сжимающим нагружением; поскольку катастрофическое разрушение при сжатии более затруднено, создаются большие напряжения, способствующие взаимному прорезанию различных систем скольжения. Например, при испытании на растяжение рекристаллизованной поликристаллической  $\text{MgO}$  переход от хрупкого к пластичному поведению наблюдается при  $\sim 1700^\circ \text{C}$  [198]; при сжатии, однако, пересечения под  $90^\circ$  становятся возможными при  $\sim 1200^\circ \text{C}$ , хотя пересечения под  $60^\circ$  (и  $120^\circ$ ) все же невозможны, по крайней мере, до температуры  $1600^\circ \text{C}$  [85].

*Концентрация напряжений на границах зерен.* Поликристаллический материал может деформироваться пластически, не образуя при этом внутренних пустот, только когда он отвечает критерию Мизеса и обладает пятью независимыми системами скольжения. Как следует из приведенного в табл. 1 перечня систем скольжения, по крайней мере в монокристаллах, это требование выполняется при весьма высоких рабочих температурах. В поликристаллической керамике, однако, существует дополнительная возможность, поскольку вследствие скопления дислокаций при скольжении одного из зерен на границах зерен может создаваться столь высокая концентрация напряжений, что этого окажется достаточно, чтобы вызвать скольжение во вторичной системе.

Яркий пример этого эффекта приведен для поликристаллического  $\text{LiF}$  [199], в котором при комнатной температуре наблюдалось скольжение  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  вблизи границ зерен, несмотря на то что эксперименты по скручиванию монокристаллов указывают, что эта система вообще не проявляется при температуре ниже  $\sim 100^\circ \text{C}$  [46]. Расчеты показали, что проекция касательного напряжения, действующего в этой системе в поликристаллическом материале только за счет приложенной нагрузки, была примерно 6 МПа, тогда как предел текучести для этой системы при комнатной температуре оценивался примерно в 60 МПа. Эти наблюдения служат хорошим подтверждением высоких концентраций напряжения, возникающих на границе зерен вследствие сильной деформации одного из смежных зерен.

Еще одно подтверждение этих высоких напряжений получено также и при экспериментах с поликристаллическим  $\text{MgO}$ , образцы которого деформировались пластически при значительно более низких напряжениях, чем напряжения, рассчитанные для начала

общего скольжения  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  по данным о монокристалле  $[200]$ . Поскольку наличие волнообразного скольжения в поликристаллическом материале указывает на то, что действуют как система скольжения  $\{110\}$ , так и система  $\{100\}$ , эти наблюдения подтверждают, что вторичная система может быть активирована в результате концентрации напряжений на границе зерен.

*Распределение размеров зерен.* Поликристаллические материалы обычно характеризуют путем определения среднего размера зерна, например при измерении числа границ зерен, приходящегося на единицу длины образца. На практике, однако, такая характеристика неточна, поскольку она не дает информации ни об общем диапазоне размеров зерен в материале, ни о распределении размеров (например, о том, имеется ли много мелких зерен и несколько изолированных больших или же распределение достаточно равномерно). Эти подробности важны, поскольку они влияют на скорость роста зерен при высоких температурах и способность к созданию высоких концентраций напряжения на границах. Далее, при высокотемпературной ползучести размер зерна является важным параметром, так как присутствие участков с очень мелкими зёрнами может привести к преимущественной диффузионной ползучести в этих участках с последующим появлением неоднородностей в материале.

Распределение размеров частиц в «правильном» поликристалле (т. е. таком, который не содержит явных неправильностей в распределении) часто представляют, нанося на график число сечений зерен  $i_g$  в зависимости от логарифма их диаметра  $2r_g$ , чтобы получить так называемое логарифмически нормальное распределение [201]. Детальные измерения на  $MgO$ , единственной поликристаллической керамике, проверенной до настоящего времени, показали, что распределение более точно представляется путем нанесения на график  $i_g$  в зависимости от квадратного корня из  $r_g$ . Это демонстрируется на рис. 45, где  $i_g$  непосредственно нанесено в зависимости от  $r_g$ , а экспериментальные точки представляют измерения совокупности из 11700 зерен, разделенных на 38 равных интервалов [202]. Сплошная кривая, которая соответствует результатам со средней погрешностью только 0,9%, задана зависимостью от квадратного корня диаметра зерна:

$$i_g = \beta_g \exp \{ -\beta_h [(2r_g)^{1/2} - \beta_j]^2 \}, \quad (1.44)$$

тогда как пунктирная линия представляет логарифмическое соотношение

$$i_g = \beta_g \exp \{ -\beta_k \ln^2 (2r_g/\beta_l) \}, \quad (1.45)$$

где  $\beta_g$ ,  $\beta_h$ ,  $\beta_j$ ,  $\beta_k$  и  $\beta_l$  — константы, выбранные таким образом, чтобы обеспечить возможно лучшее соответствие двух зависимостей путем задания правильной максимальной величины  $i_g$  и экспериментальных данных в точках  $P$  и  $Q$ , где  $i_g$  имеет половину максимальной величины.

Рис. 45 демонстрирует применимость функции квадратного корня для данной керамики, но эта функция подходит также и для широкого диапазона размеров зерен, включая горячепрессованный MgO с наименьшим видимым в оптическом микроскопе средним размером зерна ( $\sim 3$  мкм) [202]. Это наблюдение важно, поскольку данное распределение не то же самое, что у частиц порошка, использованного для горячего прессования [202]; сообщалось о сходных наблюдениях на  $\text{UO}_2$  [204]. Поэтому форма распределения, показанная на рис. 45, по-видимому, является прямым следствием роста зерен.

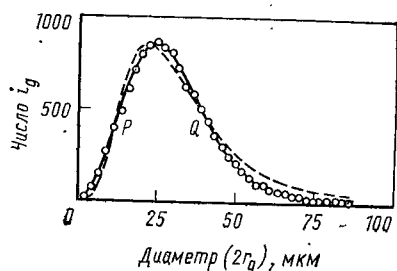


Рис. 45. Сравнение экспериментальных данных с расчетными кривыми распределения, полученными подбором по зависимостям от логарифма диаметра зерна (пунктирная линия) и от корня квадратного диаметра зерна (сплошная линия)

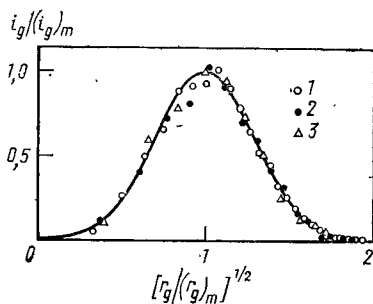


Рис. 46. Зависимость  $i_g/(i_g)_m$  от  $[r_g/(r_g)_m]^{1/2}$  для поликристаллического MgO со средним размером зерна, мкм: 1 — 10; 2 — 30; 3 — 50

Для MgO было показано, что распределение по квадратному корню не зависит от размера частиц, так что, как показано на рис. 46, распределения для различных средних размеров зерна, отличающихся в данном случае в 5 раз, накладываются, если нанести  $i_g/(i_g)_m$  как функцию отношения  $(r_g/(r_g)_m)^{1/2}$ , где  $(r_g)_m$  — величина  $r_g$ , при которой  $i_g$  имеет максимальное значение  $(i_g)_m$  [205]. Эти результаты наглядно демонстрируют, что у MgO, использованного в данной работе, размах распределения не зависит от среднего размера зерна<sup>1</sup>. Однако размах распределения, по-видимому, до некоторой степени зависит от пористости материала [205], возможно, благодаря тому, что присутствие пор на некоторых границах задерживает движение этих границ и тем самым приводит к большему размаху кривой распределения.

При необходимости можно использовать методы оценки пространственного распределения по двумерному сечению [210—213]. Эти методы были применены к MgO [211, 214] и твердым растворам  $\text{MgO}-\text{Fe}_2\text{O}_3$  [214].

<sup>1</sup> Это не относится к материалам с любой степенью неравномерного или преувеличенного роста зерен, приводящего к появлению исключительно крупных зерен в отдельных участках образца (например, в некоторых изделиях из оксида алюминия [206—209]).



**Распределение формы зерен.** До настоящего времени уделялось крайне незначительное внимание таким технологическим особенностям, как распределение формы зерен в поликристаллической керамике. Было показано, что в MgO средний диаметр зерна в плоском сечении  $\bar{r}_g$  линейно возрастает с числом сторон зерна  $n_g$ , как на рис. 47 [215]. Более того, распределение размеров зерен с 4, 5, 6, 7 или 8 сторонами идентично тому, которое показано на рис. 48. Эти результаты свидетельствуют о том, что, по крайней мере, для MgO средний диаметр зерен с  $n_g$  сторонами пропорционален числу  $(n_g - 2)$ , а форма распределения диаметров не зависит от числа сторон. Другими результатами, полученными также на MgO, показано, что число сторон зерен с длиной в пределах любого конкретного интервала пропорционально квадратному корню из длины и, таким образом, распределение длин имеет ту же форму, что и распределение диаметров зерен [215].

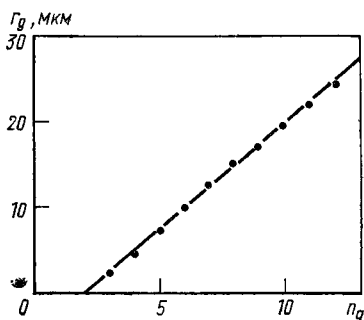


Рис. 47. Зависимость среднего диаметра зерна в плоском сечении  $\bar{r}_g$  от числа сторон зерна  $n_g$  для поликристаллического MgO

Следующая и более сложная задача касается вопроса о том, хаотично ли распределены зерна в поликристалле или же в их распределении существует некоторая степень порядка. Тщатель-

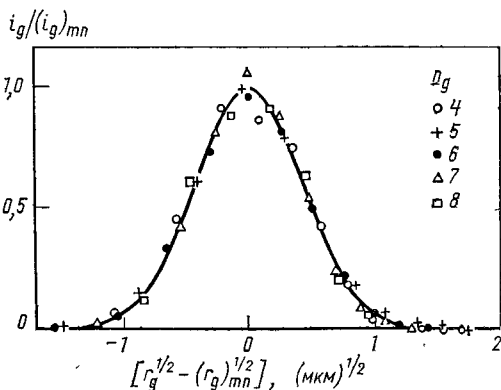


Рис. 48. Зависимость  $i_g / (i_g)_{mn}$  от  $[r_g^{1/2} - (r_g)_{mn}^{1/2}]$  для поликристаллического MgO с зернами, имеющими от 4 до 8 сторон

ные измерения, проведенные на MgO, позволили считать, что расположение зерен не совершенно случайное [216]; недавно, однако, вместо этого было высказано предположение, что наблюдаемое распределение непосредственно вытекает из геометрии и топологии двумерного сечения [217]. Очевидно, что в этих направлениях необходимо провести больше работ, чтобы полностью охарактеризовать поликристаллическую керамику.

*Наличие сегрегации примесей на границах зерен.* В керамических материалах примеси даже в однофазных системах, где нет пленок стекла или вторых фаз, часто сегрегируют к участкам границ зерен. Появление на границах сегрегированных примесей имеет очень большое значение вследствие их воздействия на рост зерен [218, 219], диффузию по границам зерен [220] (включая величину эффективной ширины границы зерен при усиленной диффузии [221]) и другие свойства границ.

Существует несколько методов, прямых и косвенных, для обнаружения сегрегации примесей на поверхностях раздела [222, 223]. Когда имеется подходящий радиоизотоп, удобным методом является автордиография, которая дает полуколичественное распределение растворенного вещества [224]. С другой стороны, в отсутствие подходящего радиоизотопа может применяться активационный анализ, при котором образец подвергают облучению протонами и нейтронами с тем, чтобы выборочно активировать представляющее интерес растворенное вещество (или вещества). Среди примеров использования этого метода в керамике — выявление сегрегации железа на поверхностях раздела в  $\text{MgO}$  [225]. Для химического анализа примесей на границах зерен была также использована масс-спектрометрия с искровым источником [226].

Метод электроннолучевого микроскопа хорошо подходит для изучения сегрегации и был использован для того, чтобы показать сегрегацию многих обычных примесей, таких как  $\text{Al}$ ,  $\text{Ca}$  и  $\text{Si}$ , на границах зерен, даже когда примеси присутствуют в количествах всего лишь 0,003% (ат.) [227]. Напротив, как было показано этим же методом, некоторые другие обычные примеси, такие как  $\text{Fe}$ , распределены относительно равномерно. Было также установлено, что сегрегация примесей в  $\text{MgO}$  возникает главным образом при медленном охлаждении, обычно применяемом после горячего прессования; эксперименты показали, тем не менее, что даже при быстрой закалке сегрегация исключается не полностью [228].

Совсем недавно появилось новое средство исследования химии границ зерен — электронная спектроскопия по методу Оже (ОЭС) [229]. Этот метод основан на химическом анализе подвергнутых облучению границ зерен на поверхностях образцов, разломанных в вакуумной системе. Используя травление распыленными ионами инертных газов в сочетании с Оже-спектроскопией возможно также установить распределение примесей по атомным позициям, смежным с границами зерен.

Метод ОЭС с большим успехом использовали для анализа спеченного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [230, 231] и горячепрессованных  $\text{MgO}$  [231, 232],  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [232] и  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  [232]. В спеченном  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с добавками  $\text{MgO}$  и  $\text{NiO}$  не было обширной сегрегации добавок на поверхностях раздела, но имела место сильная сегрегация кальция. В  $\text{Al}_2\text{O}_3$

с добавкой  $Y_2O_3$  на границах происходила сегрегация 3% (ат.)  $Y^{3+}$ . Однако уровень содержания всех сегрегированных веществ приближался к среднему значению для материала в пределах 5—10 атомных слоев от границ. По этим результатам можно предположить, что сегрегация растворенного вещества имеет второстепенное значение при уплотнении  $Al_2O_3$ . В горячепрессованном  $MgO$  с добавками  $LiF$  или  $NaF$  на границах зерен добавки присутствовали после горячего прессования при  $1000^\circ C$ , но исчезали после высокотемпературного отжига. Это подтверждено

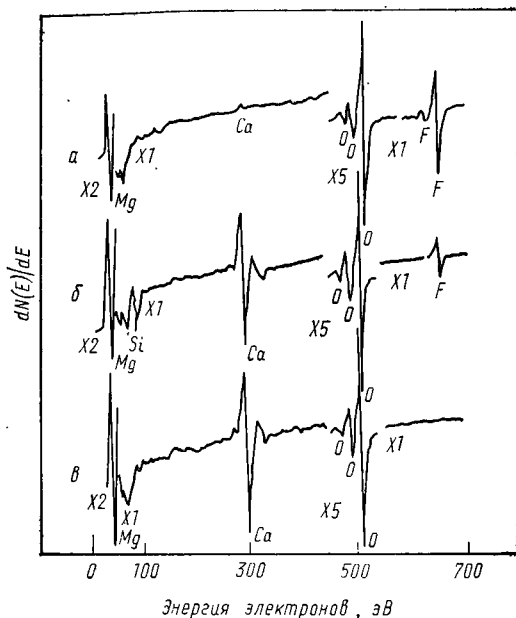


Рис. 49. Оже-электронные спектры  $MgO$  с 2% (по массе)  $LiF$  после горячего прессования (а) и последующего отжига при  $1315^\circ C$  (б) и при  $1540^\circ C$  (в)

после горячего прессования при  $1000^\circ C$ , но исчезали после высокотемпературного отжига. Это подтверждено

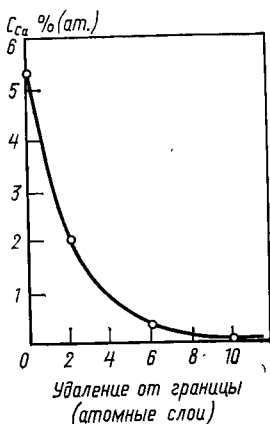


Рис. 50. Профиль ионного травления кальция в горячепрессованном  $MgO$  без добавок

спектрами для  $MgO$  с 2% (по массе)  $LiF$ , показанными на рис. 49; пик фтора в горячепрессованном материале представляет около 30—40% (ат.)  $F$ , но величина пика уменьшается после отжига при  $1315^\circ C$  и полностью исчезает после отжига при  $1540^\circ C$ . Напротив, спектры показывают, что после отжига при  $1540^\circ C$  имеется сегрегация кальция на границах зерен в количестве до 3% (ат.). Сегрегация кальция происходит также и в горячепрессованном  $MgO$  без добавок, что показано профилем ионного травления на рис. 50; как и в случае  $Al_2O_3$ , сегрегация исчезает на расстоянии приблизительно 5—10 атомных слоев от границы.

Косвенный признак сегрегации на границах зерен может быть получен по испытаниям на микротвердость. Однако успешному использованию этого метода в некоторых экспериментах препятствовали два обстоятельства. Во-первых, чрезвычайно тщательно (предпочтительно химической полировкой) должна быть подготов-

лена поверхность образца с тем, чтобы снять всякий наклеп. Вторых, нагрузки, используемые при испытании, должны быть очень малы, так чтобы отпечатки были не более нескольких микрометров в диаметре; тем самым обеспечивается возможность сравнения твердости на границе зерна или в непосредственной близости с ней с твердостью в пределах зерен. При успешном использовании этого метода получаемые профили твердости дают косвенное, но весьма наглядное доказательство наличия сегрегации примесей на границах. На рис. 51 приведен пример для содержащей 0,05% (по массе)  $MgO$  керамики из  $Al_2O_3$ , в которой на границах зерна происходит повышение твердости по сравнению с внутренней ее частью на 7000 МПа [233]. Поскольку в  $Al_2O_3$ , изготовленном без добавки  $MgO$ , не наблюдалось повышения

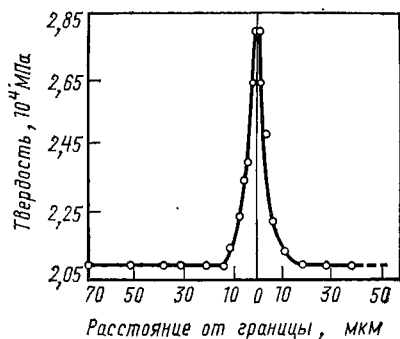


Рис. 51. Профиль микротвердости поперек границы зерна для  $Al_2O_3$  с 0,05% (по массе)  $MgO$

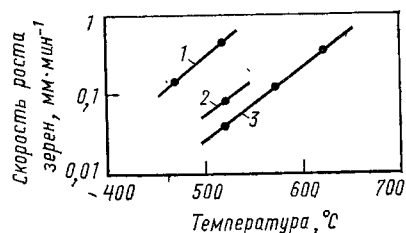


Рис. 52. Влияние добавки  $SrCl_2$  на скорость роста зерен в кристаллах  $NaCl$ : 1 — чистый  $NaCl$ ; 2, 3 — с добавкой  $SrCl_2$  соответственно 0,0025 и 0,005% (мол.)

твердости на границе, эти результаты первоначально объясняли, исходя из сегрегации  $MgO$  на границе; однако обсуждавшиеся выше результаты, полученные с помощью АЭС, показали, что в данной системе не происходит сегрегация добавки, так что сама по себе интерпретация измерений микротвердости в настоящее время находится под вопросом.

Сегрегация примесей оказывает основное влияние на рост зерен, так как она замедляет миграцию по поверхности раздела и приводит к намного меньшим скоростям роста. В результате энергия активации для роста зерен в материале, содержащем добавку, может существенно отличаться от энергии активации в чистой системе. Например, в  $MgO$ , содержащем 1,0%  $Ti$  или  $Fe$ , энергии активации значительно выше (соответственно  $\sim 435 \pm 85$  и  $\sim 612 \pm 105$  кДж/моль) [234], чем энергия активации для роста зерен в чистом  $MgO$  ( $\sim 339$  кДж/моль) [235]. Пример такого торможения показан на рис. 52 для чистого  $NaCl$  и  $NaCl$ , содержащего 0,0025 и 0,0050% (мол.)  $SrCl_2$  [218]. Однако следует отметить, что данные рис. 52 могут быть интерпретированы, исходя также и из возросшего повышения твердости, происходящего в результате добавления к  $NaCl$  щелочноземельных элементов [236].

Влияние сегрегации примесей важно при использовании легирующих добавок для получения теоретических величин плотности. Например, уплотнение  $\text{Al}_2\text{O}_3$  посредством использования добавок  $\text{MgO}$  или  $\text{NiO}$ , по-видимому, происходит вследствие твердо-растворного эффекта, изменяющего дефектную структуру материала [231] и тем самым уменьшающего начальную скорость спекания [237—239]. В отсутствие добавки имеет место быстрый рост в процессе спекания дисперсных зерен, и при этом росте некоторые поры оказываются захваченными внутри зерен. Если расстояние между этими порами и границами зерен велико, скорость необходимого для закрытия пор переноса вещества становится настолько низкой, что поры устраняются не полностью, и поэтому конечный материал содержит остаточную внутризеренную пористость.

*Присутствие второй фазы на границах зерен.* Во многих керамических системах использование спекающих добавок приводит к образованию второй фазы на границах во время получения материала, хотя эта фаза часто после высокотемпературного отжига исчезает. Было показано, что в керамике из  $\text{MgO}$ , изготовленной с добавкой  $\text{LiF}$ , значительное количество жидкой фазы присутствует на всех границах вплоть до относительной плотности 87%, однако доля этой фазы уменьшается при более высокой плотности материала [240]. Это позволяет предположить, что процесс уплотнения в этой системе включает в себя усиленную диффузию по границам зерен через жидкую фазу [241—243].

Сообщалось о разделении фаз во многих системах в виде либо непрерывной пленки, либо дискретных частиц на границе зерен [236]. Вместе с тем в настоящее время имеется очень мало систематической информации о влиянии второй фазы на границах зерен на механические свойства поликристалла. Эксперименты с бикристаллами  $\text{Al}_2\text{O}_3$  очень ясно показали, что тонкие граничные пленки шпинели и муллита заметно влияют на деформационные характеристики [244]. Всегда, когда муллит присутствовал на границах в виде непрерывной стекловидной фазы толщиной около 4 мкм, образцы разрушались по поверхности раздела при напряжениях, гораздо более низких, чем пределы текучести или прочности «чистых» бикристаллов, взятых для сравнения. Подобным же образом, как было показано, граничная силикатная фаза снижает прочность бикристаллов  $\text{MgO}$  [245].

Для того чтобы всесторонне оценить как вредную роль граничной второй фазы, приводящей к катастрофическому разрушению, так и благоприятные возможности использования ее для релаксации внутренних напряжений, возникающих в зернах, необходима систематическая работа в этом направлении.

*Присутствие пор на границах зерен.* По вопросу о значении пор на границах зерен имеется весьма мало информации, главным образом вследствие трудности получения полной характеристики керамического материала с незначительной пористостью. К примеру, методом вытеснения спирта плотность образца может быть

определена с точностью  $\pm 0,1\%$ , однако это не дает информации по таким важнейшим факторам, как преимущественное расположение пор (то есть вдоль границ зернами или внутри зерен), размер и распределение внутризеренных пор и средний размер граничных пор в зависимости от размера зерен. Было показано, что эти факторы решающим образом влияют на поведение при деформации [200].

Пористость оказывает значительное влияние на особенности роста зерен не только тогда, когда объемная доля пор весьма велика ( $>5\%$ ) [246, 247], но также и в материалах с почти теоретической плотностью (пористость  $0,1-0,8\%$ ) [248]. В последних даже эта очень небольшая пористость может ограничить максимально достижимый размер зерна величиной, значительно меньшей, чем  $100 \text{ мкм}$ . При росте зерен происходит слияние пор [248], так что очень крупные поры часто встречаются исключительно на границах зерен в местах первоначального расположения точек тройного стыка [250].

Предельный размер зерна  $G_p$  при росте, задерживаемом сферическими и равномерно распределенными включениями второй фазы, такой как поры, обычно рассчитывается по формуле [251]

$$G_p \approx \bar{r}_{\text{pore}} / V_{\text{pore}}, \quad (1.46)$$

где  $V_{\text{pore}}$  — объемная доля пор в материале. Однако рассчитанные по уравнению (1.46) значения  $G_p$  для многих керамических систем слишком велики. Возможно, расхождение возникает потому, что уравнение (1.46) выведено при допущении, что радиус кривизны поверхности раздела — того же порядка, что и диаметр зерна, тогда как экспериментальные данные по совершенно плотному  $\text{MgO}$  указывают, что отношение этих двух параметров близко к 9 [252]. Это позволяет предположить, что уравнение (1.46) завышает  $G_p$  примерно на порядок, поэтому

$$G_p \approx 0,15 \bar{r}_{\text{pore}} / V_{\text{pore}}. \quad (1.47)$$

Уравнение (1.47) находится в удовлетворительном согласии с экспериментальными данными о росте зерен в  $\text{MgO}$  [248].

Поры увеличиваются при химической полировке, поэтому трудно непосредственно оценить их средний радиус по микрофотографиям шлифа. Однако, когда известна плотность образца,  $\bar{r}_{\text{pore}}$  может быть получен путем подсчета числа пор  $i_p$  на известной площади  $A$ , используя соотношение [253]

$$\bar{r}_{\text{pore}} = [(V_{\text{pore}}/\pi) (A/i_p)]^{1/2}. \quad (1.48)$$

### *Механические свойства поликристаллов*

*Совершенно плотные материалы.* В поликристаллах может осуществляться заметное пластическое течение, если удовлетворяется критерий Мизеса и различные системы скольжения способны

к взаимному прорезанию. В структуре типа каменной соли для этого требуется скольжение  $\{110\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  и  $\{001\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$  (см. табл. 1), так что появление достаточно легкого скольжения по плоскостям  $\{100\}$  должно соответствовать переходу от хрупкого к пластичному поведению. На практике, однако, вторичные системы скольжения приводятся в действие только при весьма высоких температурах, а тогда положение осложняется такими дополнительными особенностями, как полигонизация в сильно деформированных участках внутри зерен, миграция границ зерен и проскальзывание по границам зерен. Поведение при высоких температурах в условиях постоянного напряжения (или нагрузки) подробно рассматривается в части 2.

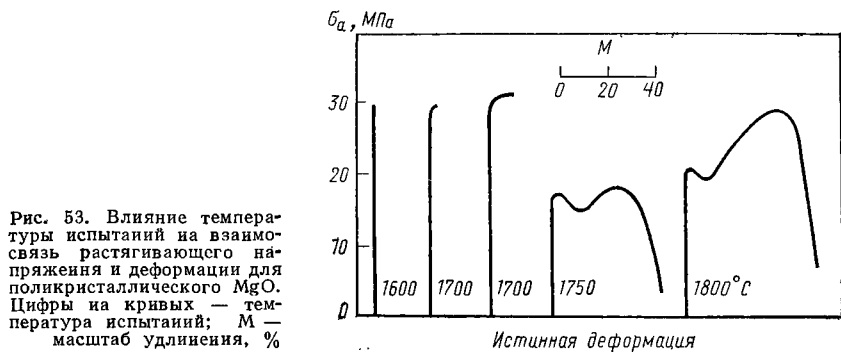


Рис. 53. Влияние температуры испытаний на взаимосвязь растягивающего напряжения и деформации для поликристаллического MgO. Цифры на кривых — температура испытаний; М — масштаб удлинения, %

Для совершенно плотного поликристаллического MgO, полученного рекристаллизацией и испытанного на растяжение при скорости деформации  $\sim 5 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , существует резкий переход от хрупкого состояния к пластическому при температуре около  $1700^\circ \text{C}$ , как показывают кривые напряжение—деформация на рис. 53 [254, 255]. При температурах  $1600^\circ \text{C}$  и ниже поведение почти полностью хрупкое, хотя все же наблюдается ограниченное скольжение некоторых зерен главным образом поблизости от точек тройного стыка; появление этой формы микропластичности более детально рассматривается в разделе 1.2.4. Следует отметить, что, как и в случае монокристаллов (раздел 1.2.2), состояние поверхности важно также и для поликристаллических материалов [256—258]. Было показано, что прочность MgO при растяжении при комнатной температуре может быть уменьшена примерно на одну треть после обдувания порошком карбида кремния [256]. Это определенно связано с внедрением в некоторые зерна подвижных дислокаций и лишний раз подчеркивает важность подготовки поверхности при всех видах испытаний керамических материалов.

Сообщалось о подобных же результатах с некоторыми другими материалами, включая AgCl [259], KCl [113], LiF [260] и NaCl [261]. На рис. 54 показаны кривые растягивающее напряжение—деформация, полученные при скорости деформации  $5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$

для совершенно плотного NaCl, изготовленного путем рекристаллизации монокристалла и имеющего средний размер зерна  $\sim 200$  мкм [261]; горизонтальные черточки обозначают предел пропорциональности (т. е. напряжение, при котором впервые экспериментально обнаружено отклонение от упругого поведения). Переход от хрупкого к пластичному поведению происходит в этом материале при температурах  $\sim 150\text{—}200^\circ\text{C}$ , что соответствует переходу от плавных линий скольжения на поверхности образца к грубым и волнистым линиям благодаря поперечному скольжению между разными плоскостями. Возможно, что недостаточно полное взаимное прорезание первичных и вторичных

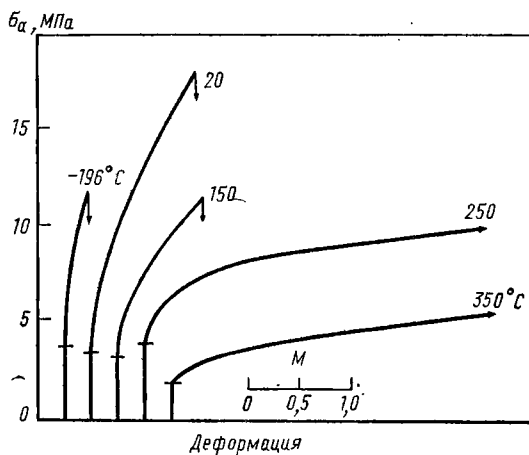


Рис. 54. Влияние температуры на растягивающее напряжение и деформацию для поликристаллического NaCl ( $G \approx 200$  мкм). Цифры на кривых — температура испытаний; M — масштаб удлинения, %

систем скольжения ответственно за хрупкое поведение, наблюдаемое при  $150^\circ\text{C}$ . В некоторых из этих простых структур типа каменной соли переход от хрупкого к пластичному поведению происходит при температурах, обычно лежащих в диапазоне  $\sim 0,4\text{—}0,6 T_m$ , при скорости деформации  $10^{-4}\text{ с}^{-1}$ . У AgCl, однако переход происходит при  $\sim 170\text{ K}$  ( $\sim 0,25 T_m$ ) [259], что может быть обусловлено высокой поляризуемостью иона Ag, а также большим вкладом ван-дер-ваальсовых сил в энергию связи [263].

На рис. 55 очень ясно видно влияние размера зерна на пластическое течение NaCl, испытанного на растяжение со скоростью

<sup>1</sup> Температура хрупко-пластичного перехода не является строго определенной, а зависит от того, надрезаны или не надрезаны кристаллы, какова сообщаемая скорость деформации, приложено ли гидростатическое давление. Как при наличии надреза, так и при использовании повышенных скоростей деформации наблюдается тенденция к повышению температуры перехода; температуры хрупко-пластичного перехода измерялись в нескольких твердых веществах с ионной связью с помощью ударного маятника при скорости деформации  $40\text{ с}^{-1}$  [262]. Для поликристаллического MgO, испытанного в условиях ограничивающего давления, переход от хрупкого к пластичному поведению происходит при комнатной температуре примерно при  $0,2\text{ МПа}$ , так что при более высоких давлениях достигаются большие деформации ( $>10\%$ ) без макроскопического разрушения [175].



деформации  $5 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$  при комнатной температуре [261]. Очевидно, что с уменьшением размера зерна скорость деформационного упрочнения возрастает настолько, что при наименьшем размере зерна, использованном в данной работе (35 мкм), эта скорость

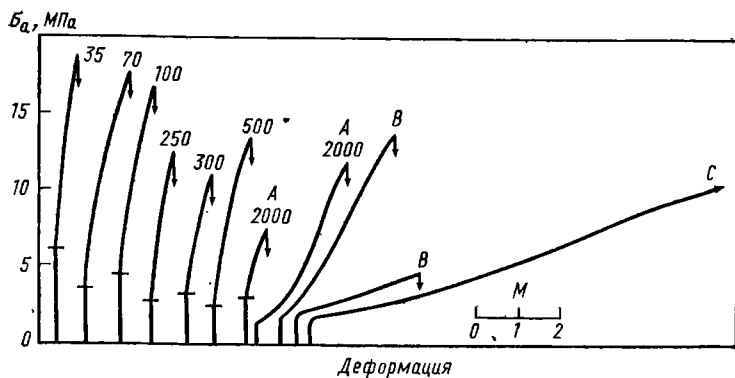


Рис. 55. Кривые растягивающее напряжение—деформация для поликристаллического NaCl и монокристалла NaCl при комнатной температуре. Цифры на кривых — размер зерна, мкм: А — трикристалл; В — бикристалл; С — монокристалл

примерно в 30 раз больше, чем у монокристаллов NaCl в кубической ориентации. Однако влияние размера зерна на предел пропорциональности, характеризуемый появлением измеряемой пластичности, крайне незначительно, что показано на рис. 56 для AgCl при трех разных температурах и NaCl при  $26^\circ \text{C}$  [262]. Эти результаты показывают, что появление микропластичности связано с возникновением проскальзывания по границам зерен, а скорость последующего деформационного упрочнения связана с легкостью распространения его в материале.

В табл. 4 показано соотношение между видом скольжения и механическими свойствами поликристаллической керамики, а также приведены примеры [263]. Следует подчеркнуть, что эта таблица относится только к совершенно плотным материалам, свободным от дефектов.

**Материалы, содержащие остаточную пористость.** Почти все керамические материалы, изготовленные обычными методами горячего прессования или спекания, даже те, которые имеют очень

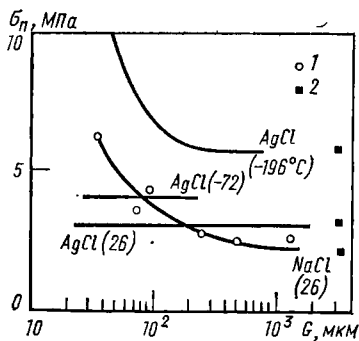


Рис. 56. Зависимость предела пропорциональности  $\sigma_p$  от среднего размера зерна для AgCl при трех различных температурах и NaCl при  $26^\circ \text{C}$ : 1 — NaCl; 2 — монокристаллы

ТАБЛИЦА 4  
ВИД СКОЛЬЖЕНИЯ И СВОЙСТВА  
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ

Вид скольжения	Пластичность	Вид разрушения	Примеры
«Прямое», без поперечного скольжения внутри полос	Отсутствие пластической деформации	Полностью хрупкое	MgO при 26° С
«Прямое», с небольшим поперечным скольжением внутри полос скольжения	Небольшая пластическая деформация; высокая скорость деформационного упрочнения	Хрупкое	NaCl при 26° С
«Волнообразное»	Значительная пластичность	Пластичное	AgCl при —196° С; NaCl при 265° С; AgCl при 26° С

высокую плотность, содержат остаточную пористость по границам зерен, а также в местах тройного стыка или внутри зерен, или же в обоих этих местах. Вероятное влияние этой пористости можно представить, если учесть, что пористость всего лишь в 0,01% (объемн.) эквивалентна присутствию приблизительно  $10^{11}$  пор размером 0,1 мкм, каждая в кубическом сантиметре материала [264]. Присутствие пор заметно изменяет механические свойства материала, так что его поведение становится значительно сложнее. Например, было показано, что горячепрессованный MgO, содержащий лишь очень незначительную остаточную пористость (плотность материала ~99,5%), заметно менее прочен, чем материал со сходным размером зерен, который почти (но не полностью) свободен от пор [254]. Ситуация осложняется тем, что мелкозернистый MgO с незначительной пористостью прочнее, чем свободный от пор крупнозернистый MgO, при низких температурах (для исследованных материалов <2000° С), тогда как при более высоких температурах наблюдается обратная картина [254].

В ранней работе по механическим свойствам различных типов поликристаллического MgO, номинально плотных и чистых, но незначительно отличающихся размером зерна, составом и пористостью, было показано, что существуют значительные расхождения между различными материалами, особенно при температуре, соответствующей появлению общей пластичности [265]. В более поздней работе были подтверждены эти расхождения и предпринята попытка более детально охарактеризовать микроструктуру некоторых материалов [200]. У шести типов исследованного MgO различие в их поведении характеризуется кривыми напряжение—деформация, полученными при сжатии с постоянной скоростью подъема напряжения, равной  $0,14 \text{ МПа} \cdot \text{с}^{-1}$ , при температурах 800 и 1000° С (рис. 57). При 800° С образцы 1—4-го типов были хруп-

кими, причем образцы 1-го типа разрушались при  $\sim 300$  МПа, тогда как образцы 5-го и 6-го типов деформировались более чем на 0,02. При  $1000^\circ\text{C}$  образцы 1—3-го типов разрушались с незначительной пластической деформацией при напряжениях в интервале  $\sim 200$ — $300$  МПа, тогда как образцы 4—6-го типов были пластичны до деформаций, больших 0,02. Все образцы были пластичными до деформаций  $>0,02$  при  $1200^\circ\text{C}$ . Хотя все эти материалы имели очень высокую плотность, изменяющуюся от  $>98,0\%$  у 4-го типа до  $>99,9\%$  у 1-го типа, существуют принципиальные различия в их механических свойствах, особенно при температурах вблизи хрупко-пластичного перехода. Интересно отметить,

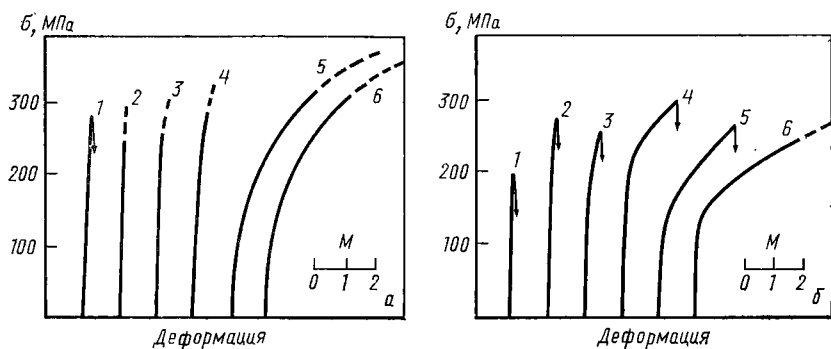


Рис. 57. Кривые сжимающее напряжение — деформация для шести типов поликристаллического  $\text{MgO}$  (1—6) при  $800^\circ\text{C}$  (а) и  $1000^\circ\text{C}$  (б); М — масштаб деформаций, %

что два материала, обнаруживающих пластическое течение при  $800^\circ\text{C}$  (5-го и 6-го типов), имели плотность соответственно  $>98,6$  и  $>98,9\%$  и содержали множество скоплений исключительно мелких пор внутри зерен.

Детальный анализ механических свойств этих шести материалов в сочетании с количественным измерением основных характеристик микроструктуры позволил предположить, что пластичность проявляется в поликристаллическом  $\text{MgO}$  при температурах ниже  $\sim 1200^\circ\text{C}$ , если границы зерен достаточно прочны, чтобы возникали концентрации напряжения, которые вызывают скольжение в системе  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ . Поэтому границы, по-видимому, должны быть относительно свободны от пор или же, если поры присутствуют, они должны быть очень малы по сравнению со средним размером зерна. Следующий вывод состоит в том, что скопления очень мелких пор внутри зерен благоприятствуют развитию пластического течения, возможно, потому, что они допускают некоторую аккомодацию массы, действуя как источники или места стоков для дислокаций или как то и другое одновременно. Наконец, границы зерен должны быть свободны от избыточных количеств примесей в твердом растворе.

На основании данных, полученных в этих экспериментах, рассчитаны и приведены на рис. 58 пределы текучести для 6 типов

MgO в зависимости от температуры; пределы рассчитывали по отклонению деформации на  $5 \cdot 10^{-4}$  от линии идеальной упругости [200]. У образцов 1—3-го типов точки текучести лежат приблизительно на линии, полученной для монокристаллов, нагруженных по  $\langle 111 \rangle$ , соответствующей появлению скольжения в системах  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ , тогда как точки для образцов 5-го и 6-го типов, обнаруживающих текучесть при более низких температурах (см. рис. 57), находятся значительно ниже. Хотя это позволяет предположить, что последние два типа могут иметь текучесть и без участия систем  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ , экспериментальные наблюдения волнистых линий скольжения на поверхности образцов даже при

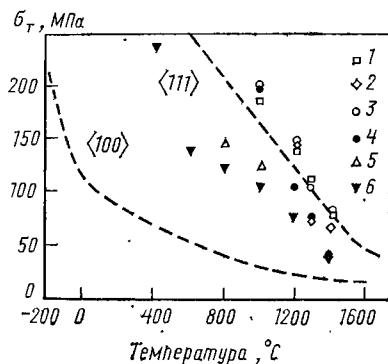


Рис. 58. Зависимость предела текучести от температуры для 6 типов поликристаллического MgO (1—6). Пунктирные линии обозначают результаты, полученные на монокристаллах MgO с осями нагружения  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$

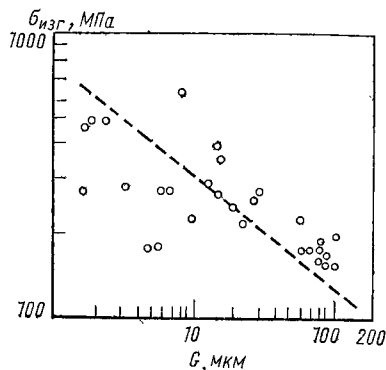


Рис. 59. Зависимость прочности на изгиб при комнатной температуре от размера зерна для горячепрессованного MgO с небольшой пористостью. Пунктирной линией обозначены результаты, полученные для совершенно плотного MgO

$800^\circ \text{C}$  служат ясным доказательством того, что в этих материалах действуют системы как с  $\{110\}$ , так и с  $\{100\}$ . Следовательно, концентрации напряжения, по-видимому, могут создаваться на границах зерен и иметь достаточную величину, чтобы вызвать скольжение в системе с  $\{100\}$ . Интересно отметить, что реализация общей пластичности в образцах всех типов при  $1200^\circ \text{C}$  хорошо соответствует температуре, при которой наблюдается ярко выраженная пластичность в монокристаллах, испытанных на сжатие в направлениях  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  [54, 85].

**Влияние пористости на пластическое течение.** Нет сомнения, что поры, расположенные на границах зерен, приводят к уменьшению площади контакта по границе между соседними зернами и тем самым к ослаблению материала и последующему преждевременному разрушению. Менее понятна, однако, ситуация с внутризеренными порами. Как описано выше, скопления очень мелких пор внутри зерен, по-видимому, благоприятствуют развитию пластического течения. Кроме того, экспериментами показано,

что ограниченная внутризеренная пористость в  $\text{MgO}$  (0,5—2%) приводит к умеренному возрастанию прочности (рис. 59) [266]. Там, где поры расположены главным образом по границам зерен при их очень мелких размерах ( $<15$  мкм), материал оказывается слабее, чем прозрачный и практически совершенно плотный  $\text{MgO}$ , тогда как при больших размерах зерен ( $>15$  мкм) поры по преимуществу внутризеренные и материал незначительно, но вполне заметно прочнее совершенно плотного  $\text{MgO}$ .

Данные результаты позволяют предположить, что внутризеренные поры могут действовать как источники дислокаций, и это подтверждается рядом других исследований. Наблюдалось, что значительное скольжение вызывается газонаполненными порами в кристаллах  $\text{MgO}$  [267], а во время охлаждения кристаллов  $\text{ZrO}_2$ , как сообщалось в работе [268], внутризеренные поры действуют как источники скольжения. Кроме того, присутствие пор в кристаллах  $\text{MgF}_2$  приводит к значительному увеличению общей плотности дислокаций [269]. Методом просвечивающей электронной микроскопии было показано, что внутризеренные поры часто находятся в центрах радиальных рядов дислокаций в  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{MgO}$ , хотя возможно, что некоторые из этих пор представляют собой местоположение примесных выделений, удаленных во время операции утоньчения образца [270]. Имеются результаты, которые показывают, что внутризеренные поры могут тормозить как движение дислокаций [271], так и распространение трещин.

Из сказанного следует, что влияние пористости на механические свойства сложно, но общее заключение из имеющихся в настоящее время экспериментальных данных состоит в том, что небольшая внутризеренная пористость ( $<2\%$ ) способствует развитию и аккомодации пластического течения, играя роль источников и мест стоков вакансий, тогда как межзеренная пористость всегда вредна для общей прочности материала.

### *Изготовление поликристаллов из монокристаллов*

В нескольких ранних экспериментах продемонстрированы методы изготовления совершенно плотного поликристаллического материала, включающие горячее выдавливание монокристаллов  $\text{AgCl}$  [263],  $\text{KCl}$  [113],  $\text{LiF}$  [263] и  $\text{NaCl}$  [261, 263, 272], горячее выдавливание холоднопрокатаной пластины  $\text{AgCl}$  [259] и слитков сплава  $\text{NaCl—KCl}$  [273], рекристаллизацию монокристаллов  $\text{MgO}$  путем вытягивания при высокой температуре [197, 198], а также ковку на прессе (медленную деформацию при сжатии при отсутствии боковых ограничений) некоторых оксидов и  $\text{TiC}$  [274]. Позднее эти методики привлекали значительное внимание вследствие возможности изготавливать высокопрочные поликристаллические щелочные галогениды для использования в качестве инфракрасных окон в мощных лазерных системах. Для этих применений не подходят обычные методы твердорастворного упрочне-

ния и дисперсионного упрочнения, потому что, хотя они и могут привести к значительному улучшению механической устойчивости под нагрузкой и при термических напряжениях, но, как правило, оказывают значительное вредное воздействие на оптическую прозрачность в области инфракрасных волн 10 мкм [275]. Необходимость в упрочнении по сравнению с монокристаллом становится понятной, если учесть, что по произведенной оценке лазерные окна большого диаметра из KCl, которые в форме монокристалла выдерживают напряжения до  $\sim 3,5$  МПа, для практических применений в качестве окон должны иметь прочности более чем 30 МПа [276].

Пытаясь избежать проблем, связанных с поглощением инфракрасных лучей, основное внимание стали уделять зернограничному упрочнению, при котором чистые монокристаллы упрочняются внедрением оптически «чистых» границ зерен посредством рекристаллизации<sup>1</sup>. Улучшение характеристики напряжение—деформация, достигнутое рекристаллизацией под давлением чистых кристаллов KCl и KBr и кристалла сплава  $KCl_{0,33}Br_{0,67}$ , показано на рис. 60 на образцах для четырехточечного изгиба, деформированных с постоянной скоростью прогиба при комнатной температуре; размер зерна в поликристалле обозначен G; показана также характерная кривая напряжение—деформация для монокристалла KCl [278]. Сходное увеличение предела текучести примерно на один порядок, как сообщалось, было получено у кристаллов NaCl, подвергнутых ковке на прессе [136].

Из рис. 60 видно, что механические свойства поликристаллического материала определяются двумя факторами. Во-первых, важным фактором является подготовка поверхности. Пластичность полированных и не имеющих покрытия поликристаллов низка вследствие микроскопических дефектов поверхности, но она может быть значительно улучшена путем покрытия образцов тонким защитным слоем лака. Во-вторых, как явствует из указанной ориентации монокристаллов, использованных для приготовления поликристаллического материала, поликристаллы, приготовленные прессованием кристаллов KCl, ориентированных в направлениях  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , значительно прочнее поликристаллов, полученных прессованием кристаллов  $\langle 100 \rangle$ ; это является следствием того, что в таких материалах можно достичь дополнительного упрочнения при наличии предпочтительной текстуры [279].

Измерения оптического поглощения подтвердили, что в поликристаллах, изготовленных рекристаллизацией под давлением,

---

<sup>1</sup> Требование «чистых» границ зерен препятствует использованию горячепрессованных или спеченных порошковых компактов из-за связанных с этими процессами поглощением примесей поверхностью частиц порошка и дополнительными проблемами по удалению всех пустот для изготовления совершенно плотного прозрачного материала. Однако был достигнут успех в изготовлении направленно затвердевающих отливок сплавов KCl— $SrCl_2$ ; получались хорошие оптические свойства при условии использования расплава из высокочистых материалов [277].

не происходит ухудшения оптических свойств в области инфракрасных волн [278]. Далее, проблемы, связанные с растрескиванием заготовок, можно обойти, используя методковки с ограничителями, при котором расширяющаяся медная трубка создает кольцевое сжимающее напряжение по периферии деформируемой заготовки и тем самым препятствует образованию макротрещин [280, 281].

Другим методом изготовления поликристаллического материала служит горячая прокатка [137]. Данный метод схематически пока-

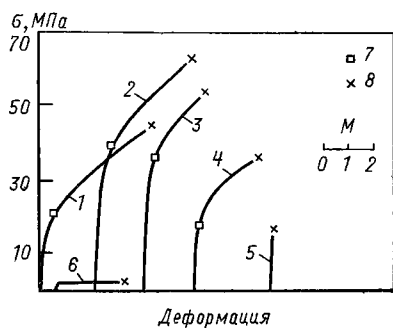


Рис. 60. Кривые напряжение—деформация, полученные при четырехточечном изгибе при комнатной температуре для различных керамических материалов: 1 — чистый поликристаллический КСl,  $\langle 100 \rangle$  ( $G = 12$  мкм); 2 — то же,  $\langle 110 \rangle$  (8 мкм); 3 — то же,  $\langle 111 \rangle$  (6 мкм); 4 — чистый поликристаллический КВг,  $\langle 100 \rangle$  (10 мкм); 5 — поликристаллический сплав КСl<sub>0,33</sub>Вг<sub>0,67</sub>,  $\langle 100 \rangle$  (300 мкм); 6 — монокристалл КСl,  $\langle 100 \rangle$ ; 7 — напряжение, при котором происходит разрушение образцов без покрытия; 8 — то же, с покрытием; М — масштаб деформации, %

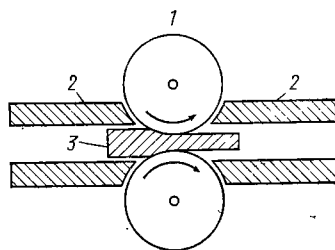


Рис. 61. Схема горячей прокатки для изготовления поликристаллического КСl из монокристаллических заготовок: 1 — нагретые валки; 2 — туннельная печь; 3 — заготовка

зан на рис. 61 для КСl и заключается в прокатке цилиндрических монокристаллических заготовок нагретыми валками внутри тун-

нельной печи, причем кристалл во избежание радиального растрескивания помещают в ограничительное алюминиевое кольцо. Достоинство этого метода заключается в том, что направление обжима можно менять в процессе самой операции; например, обычно практикуют поперечный обжим, так что в промежутках между каждым проходом образец поворачивают на  $90^\circ$ . Этим методом изготавливают прозрачные заготовки из КСl, имеющие прочность, сравнимую с прочностью заготовок, получаемых пресс-ковкой. Более того, у заготовок, прокатанных по поверхностям  $\langle 100 \rangle$  в направлениях  $[0\bar{1}1]$  и  $[01\bar{1}]$ , оптические свойства для ИК-применений, как правило, выше, чем у материала, прошедшего пресс-ковку, хотя у заготовок, прокатанных по поверхностям  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , происходит значительное возрастание коэффициента поглощения при длине волны 10,6 мкм.

#### 1.2.4. РАЗРУШЕНИЕ, ВЫЗЫВАЕМОЕ ПЛАСТИЧЕСКИМ ТЕЧЕНИЕМ

В литературе имеется несколько убедительных примеров разрушения, вызываемого пластическим течением, но, вероятно, куда больше случаев, когда к неправильному выводу о том, что разрушение вызвано пластическим течением, приходят без надежных к тому доказательств. Прежде чем говорить о разрушении,

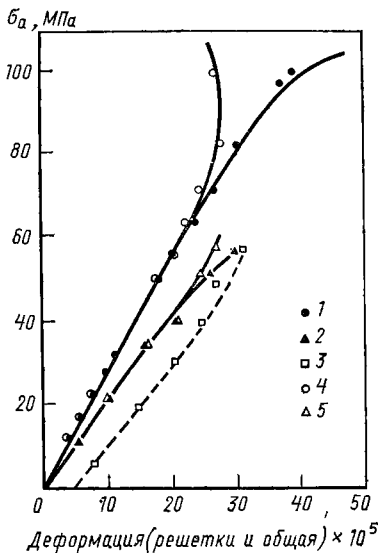


Рис. 62. Кривые растягивающее напряжение—деформация, показывающие общую деформацию (1, 2) и деформацию кристаллической решетки (4, 5), для двух видов поликристаллического MgO, различающихся размерами зерен: 1, 4 —  $G = 2,54$  мкм (испытание проводили до разрушения); 2, 5 —  $G = 105,26$  мкм; 3 — точки разрушения

вызываемом пластическим течением, необходимо установить реальность движения дислокаций или двойникования, действительно происходящих в испытуемом материале при напряжениях, меньших или равных наблюдаемому пределу прочности. Это было показано на примере плотного поликристаллического MgO при исследованиях деформации под растягивающим напряжением [282], в которых измерялась как общая одноосная деформация, так и деформация кристаллической решетки в направлении деформирования, причем последняя определялась методом рентгеновского анализа. Было установлено, что при общих деформациях, превышающих  $\sim 2 \cdot 10^{-4}$ , деформация решетки отличается от общей деформации (приводя к небольшой остаточной деформации при разгрузке), что указывает на начало «микротекучности» (рис. 62).

В том случае, если установлена возможность пластического течения перед разрушением, следует найти связь между условиями разрушения и условиями зарождения трещины. Было постулировано и наблюдалось в модельных экспериментах несколько механизмов зарождения трещины посредством движения дислокаций или двойникования (см. ниже). Существенная особенность всех этих механизмов заключается в том, что напряжение зарождения трещины должно быть главным образом функцией напряжения пластического течения и функцией обратной величины корня квадратного из длины плоского скопления дислокаций, причем последняя связана с таким микроструктурным размером, как размер зерна. Следовательно, во всех случаях можно ожидать, что

$$\tau_{in} \approx \tau_{pf} + \chi_c G_m^{-1/2}. \quad (1.49)$$



Точные значения  $\tau_{pf}$  и  $\chi_c$  зависят от модели зарождения трещины. Однако не всегда следует точно определять эти величины, чтобы установить процесс, вызывающий зарождение трещины; часто можно произвести изменения в структуре, которые скажутся на напряжении пластического течения, а затем определить влияние этих изменений на разрушающее напряжение. Тогда, если изменение разрушающего напряжения происходит в прогнозируемом направлении, часто можно получить подтверждение того, что процесс разрушения контролируется зарождением трещины. Например, было показано, что как напряжение пластического течения, так и разрушающее напряжение химически полированного плотного поликристаллического оксида магния пропорционально возрастают после соответствующей радиационной обработки [283]. Объединив этот факт с известными сведениями о том, что в этом материале (как отмечалось выше) разрушению предшествует микротекучесть, можно уверенно констатировать, что в данном случае разрушение вызывается дислокациями. Некоторые другие системы также были достаточно хорошо исследованы, чтобы подтвердить существование разрушения, вызываемого дислокациями (или двойниками).

Модели зарождения трещины исходят главным образом из концентраций напряжения, которые создаются, когда дислокации скапливаются около устойчивого препятствия, обычно на границе зерен, причем имеется несколько экспериментальных результатов, в основном с бикристаллами, непосредственно иллюстрирующих этот эффект [98, 284—288]. Серия тщательных экспериментов с использованием бикристаллов  $MgO$  показала, что напряжение зарождения трещины имеет функциональную форму, даваемую уравнением (1.49), где  $G_m$  представляет расстояние между источником полосы скольжения, вызывающей образование трещины, и границей зерна, а  $\tau_{pf}$  — напряжение, необходимое для размножения дислокаций. В этих экспериментах бикристаллы испытывали на четырехточечный изгиб; источники новых дислокаций вводили в растянутую поверхность методом микроиндентирования, так что в качестве расстояния вдоль краевой полосы скольжения до границы зерна принималась величина  $G_m$  [288].

Другим источником образования трещин служит взаимное пересечение двух полос скольжения; для этого случая разработаны два основных механизма. В соответствии с механизмом Строха [289—291] зарождение трещин объясняется напряжениями, связанными с плоскими скоплениями краевых дислокаций перед барьером. Весьма убедительное доказательство образования трещин Строха было получено на монокристаллах  $MgO$ ; схема образования трещин представлена на рис. 63: трещины лежат в плоскостях  $\{110\}$ , перпендикулярных активным плоскостям скольжения, и распространяются через весь кристалл в виде мельчайших щелей в направлении  $[001]$  [65, 292—294]. Трещины Строха появляются при простом изгибе как в области сжатия, так и в области

растяжения [292] и, как правило, заключены между двумя соседними перпендикулярными полосами скольжения ( $1\bar{1}0$ ) [293].

Другой механизм, предложенный Коттреллом [295], первоначально был разработан для зарождения трещин по спайности на плоскостях (100) в материалах с о. ц. к. решеткой и относится к случаю слияния дислокаций на двух взаимнопересекающихся плоскостях скольжения. Механизм Коттрелла может быть распространен на кристаллы  $MgO$  в соответствии с взаимодействием дислокаций, схематически представленным на рис. 64, а и описываемым векторным уравнением

$$(a/2)[0\bar{1}1] + (a/2)[0\bar{1}\bar{1}] = a[0\bar{1}0]. \quad (1.50)$$

Рис. 63. Механизм образования трещин Строха в монокристаллах  $MgO$ . Трещины лежат в плоскостях  $\{110\}$ , перпендикулярных активным плоскостям скольжения, и распространяются в виде мельчайших щелей в направлении  $[001]$ : 1 — плоскости скольжения; 2 — щель

В противоположность материалам с о. ц. к. решеткой данное взаимодействие для системы типа каменной соли не приводит к уменьшению упругой энергии; сообщалось об образовании трещин по

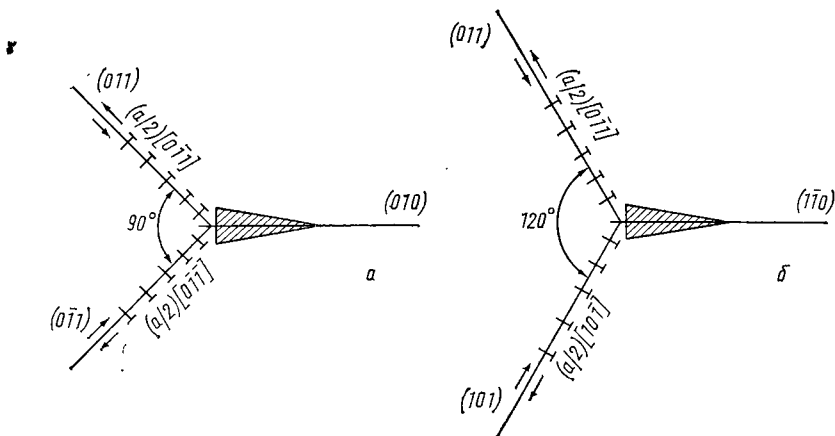


Рис. 64. Образование трещины в структуре типа каменной соли вследствие слияния дислокаций на двух взаимно пересекающихся плоскостях скольжения: а — по плоскости спайности (010); б — в плоскости ( $1\bar{1}0$ )

плоскости спайности (010) посредством механизма этого типа в кристаллах  $MgO$ , испытанных на растяжение [296]. Другое, энергетически более благоприятное взаимодействие дислокаций схематически представлено на рис. 64, б и описано векторным уравнением

$$(a/2)[0\bar{1}1] + (a/2)[10\bar{1}] = (a/2)[1\bar{1}0]. \quad (1.51)$$

В этом случае сочетание двух скользящих дислокаций на плоскостях препятствия высвобождает половину упругой энергии и, поскольку дислокация  $(a/2) [1\bar{1}0]$  неподвижна, трещина возникает в плоскости  $(1\bar{1}0)$  [297]. Такой тип трещин наблюдался в монокристаллах MgO при индентационных определениях твердости [71, 297] и при взаимной индентации [298]. Несмотря на то что экспериментальные наблюдения этих механизмов зарождения трещин относятся к монокристаллам, подобного же поведения следует ожидать также и у поликристаллического материала.

### 1.3. ОСТАНОВКА ТРЕЩИНЫ И ДЕГРАДАЦИЯ ПРОЧНОСТИ

Керамические материалы иногда используют в таких условиях эксплуатации, при которых напряжение превышает прочность; однако отчасти вследствие краткосрочного характера этого напряжения происходит остановка трещины и удается избежать полного разрушения. Подобный эффект наблюдается, в частности, в керамических материалах, испытывающих некоторые виды ударных нагрузок и находящихся в условиях действия различных термических напряжений. Для такого рода применений важнейшим соображением является степень деградации прочности; очевидно, что следует стремиться к созданию материалов с оптимальной последеградационной прочностью. Поэтому в данном разделе делается попытка рассмотреть процесс остановки трещины и установить параметры, которые обеспечивают сохранение хорошей прочности после ее деградации.

#### 1.3.1. ПРОЦЕСС ОСТАНОВКИ ТРЕЩИНЫ

В литературе последних лет существует некоторое расхождение во мнениях относительно условий остановки трещины. Можно постулировать, по крайней мере, два рода условий остановки трещины. Согласно одному из них (например, выведенному Хассельманом [299] для остановки трещины, образовавшейся вследствие термического удара), полная энергия деформации, выделенная во время распространения трещины, переходит исключительно в поверхностную энергию. В соответствии с другим, остановка трещины происходит, когда  $K_I$  (определенный статически) достигает критического значения  $K_{Ia}$  [300, 301]. Эти два подхода приводят к сходному качественному результату, но в количественном отношении несовместимы. Рассмотрим оба эти подхода и установим разницу между ними.

По первому подходу длину остановленной трещины  $a_a$  определяют путем уравнивания энергии системы при инициировании и остановке трещины. Следовательно, в теле, находящемся под растягивающим напряжением и имеющем одну внутреннюю сквоз-

ную трещину, остановка трещины при закрепленных захватах испытательной машины произойдет, когда [299, 302]

$$(\sigma_{ip}^2/2E)(lw + 2\pi a_0^2) + 4\Gamma a_0 = (\sigma_{ar}^2/2E)(lw + 2\pi a_a^2) + 4\bar{\Gamma} a_a, \quad (1.52)$$

где  $\bar{\Gamma}$  — средняя энергия поверхности разрушения при распространении трещины, а  $\sigma_{ip}$  и  $\sigma_{ar}$  — напряжения соответственно в начале распространения и при остановке трещины. Так как эксперимент проводят при закрепленных захватах испытательной машины (с целью воспроизвести условия разрушения под действием термического напряжения) [299], напряжение уменьшается с ростом длины трещины и, согласно [303], составляет

$$\sigma = E\varepsilon/[1 + (2\pi a^2/lw)]. \quad (1.53)$$

Используя понятие критической деформации  $\varepsilon_c$ , необходимой для распространения начальной трещины, уравнение (1.53) приводим к виду

$$[\pi \varepsilon_c^2 E (a_a^2 - a_0^2)]/[4(1 + 2\pi a_0^2/lw)(1 + 2\pi a_a^2/lw)] = \bar{\Gamma} a_a - \Gamma a_0. \quad (1.54)$$

Если, следуя Хассельману [299], рассмотреть теперь случай, когда  $a_a \gg a_0$ , то уравнение (1.54) дает

$$a_a \approx Elw\varepsilon_c^2/8\bar{\Gamma}, \quad (1.55)$$

или, используя уравнения (1.14) и (1.53) для замены  $\varepsilon_c$ , получаем

$$a_a \approx (lw/4\pi a_0)/(\Gamma/\bar{\Gamma}). \quad (1.56)$$

В соответствии с альтернативным подходом, основанным на коэффициенте интенсивности напряжения, решая совместно уравнения (1.53) и (1.4) при критической деформации, находим

$$K_I = [E\varepsilon_c/(1 + 2\pi a^2/lw)]/\sqrt{\pi a}, \quad (1.57)$$

а затем, заменяя  $\varepsilon_c$ , находим уравнение [302]

$$K_I = K_{Ic} (a/a_0)^{1/2} \{ (lw/2\pi a_0^2 + 1)/[lw/2\pi a_0^2 + (a/a_0)^2] \}, \quad (1.58)$$

которое указывает, что статически определенный  $K_I$  обычно возрастает (выше  $K_{Ic}$ ) после того, как трещина начинает двигаться, достигает максимума и затем начинает уменьшаться, становясь равным  $K_{Ic}$ , когда  $a = a^*$  (рис. 65). Подставляя  $K_I = K_{Ia}$  в уравнение (1.58) для нахождения  $a_0$ , получаем при  $a_a \gg a_0$  [302]

$$a_a \approx (1/a_0^{1/3})(lw/2\pi)^{2/3}(K_{Ia}/K_{Ic})^{2/3}. \quad (1.59)$$

После приравнивания правых частей уравнений (1.56) и (1.59) получаем

$$\bar{\Gamma} = (1/2a_0^{2/3})(lw/2\pi)^{1/3}\Gamma(K_{Ic}/K_{Ia})^{2/3}. \quad (1.60)$$

Итак, прогнозирование остановки трещины двумя методами может приводить к совпадающим результатам, только если либо  $\bar{\Gamma}$ , либо  $K_{Ia}$  являются функциями  $a_0$ ,  $l$  и  $w$ . Установить заранее величины  $\bar{\Gamma}/\Gamma$  или  $K_{Ia}/K_{Ic}$  невозможно, поэтому следует полагаться исключительно на экспериментальные наблюдения за остановкой трещины, хотя эксперименты по остановке трещины проводить трудно. Серия измерений, проведенных на керамических материалах в работе [302] с использованием образцов с геометрией Герца и метода двойного скручивания, показала, что остановка трещины происходит, когда  $K_{Ia} \leq K_{Ic}$  и что часть энергии деформации всегда переходит в другие формы энергии, помимо поверхностной.

При исследованиях по методу Герца и по методу двойного скручивания, проведенных в жидкой среде, наблюдалась непосредственная эквивалентность  $K_{Ic}$  и  $K_{Ia}$ ; однако в газообразной среде и при больших приращениях длины трещины система двойного скручивания давала  $K_{Ia} < K_{Ic}$ . Это несоответствие может объясняться действием волнового напряжения и инерционных факторов на динамический рост трещин<sup>1</sup>. Тем не менее, для многих типичных случаев воздействия термического или механического удара можно в первом приближении с достаточной точностью полагать, что остановка трещины произойдет при установлении равенства между  $K_{Ia}$  и  $K_{Ic}$ .

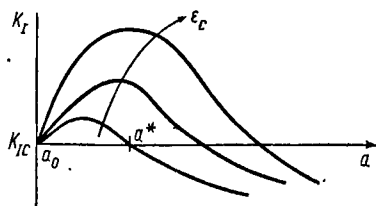


Рис. 65. Изменение статически определенного коэффициента интенсивности напряжения с увеличением длины трещины при испытании на растяжение образца при закрепленных захватах испытательной машины

### 1.3.2. ДЕГРАДАЦИЯ ПРОЧНОСТИ

Исходная прочность при разрушении  $S_0$  детали до того, как она подвергнута термическому удару или удару летящими частицами, в соответствии с уравнением (1.5), составляет

$$S_0 = K_{Ic} / Y \sqrt{a_0}. \quad (1.61)$$

Приращение длины трещины, происходящее во время термического удара или удара летящими частицами, определяется главным образом длиной исходной трещины и размерами образца [см. уравнение (1.59)]. Для простого случая, когда тело с небольшой центральной сквозной трещиной находится под растягивающим напряжением, приближенную величину прочности после деградации  $S_{deg}$  для критического условия, полагая  $K_{Ia} = K_{Ic}$  в уравне-

<sup>1</sup> По существу для прогноза торможения трещин в данном случае необходим полный динамический анализ.

нии (1.59) и определяя длину трещины из уравнения (1.5), находят из уравнения

$$S_{deg} \approx (K_{Ic}/Y) a_0^{1/6} (2\pi/lw)^{1/3}. \quad (1.62)$$

Таким образом, основным параметром, влияющим на  $S_{deg}$ , является критический коэффициент интенсивности напряжения. Небольшое дополнительное влияние оказывает исходный размер трещины, но только в критических условиях. При сверхкритическом разрушении исходный размер трещины неважен, за исключением случая, когда  $K_{Ia}/K_{Ic}$ , т. е. когда велико приращение длины трещины (см. раздел 1.3.1).

Для применений, рассмотренных в данной работе, хорошее сохранение прочности представляет собой существенное условие удовлетворительной конструкционной характеристики. Однако известны определенные применения<sup>1</sup>, где главное требование заключается в целостности детали (а абсолютная величина прочности имеет второстепенное значение). Целостность лучше всего достигается сведением к минимуму относительного приращения длины трещины, т. е. относительного падения прочности в критических условиях. Относительное падение прочности, полученное из уравнений (1.61) и (1.62), составляет

$$(S_{deg} - S_0)/S_0 = 1 - a_0^{2/3} (2\pi/lw)^{1/3}. \quad (1.63)$$

Следовательно, в тех случаях, когда главное требование состоит в сохранении целостности детали, полезным параметром может быть большой размер ранее существовавших трещин.

## 1.4. ПРИМЕНЕНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ ПОЛОЖЕНИЙ К РАЗРАБОТКЕ МАТЕРИАЛОВ

### 1.4.1. ВЫСОКОПРОЧНАЯ КЕРАМИКА

Теоретические представления о разрушении, деформации и остановке трещины, изложенные в предыдущих разделах, могут быть использованы для того, чтобы в общих чертах обрисовать методику получения керамических материалов с высокой прочностью или с высокой ударной вязкостью.

Высокую прочность и высокую ударную вязкость мы рассматриваем раздельно, но при этом понимаем, что эти свойства не являются взаимоисключающими категориями. Например, используя метод повышения прочности, одновременно достигают и повышения ударной вязкости; в то же время при разработке материалов с улучшенной ударной вязкостью редко бывает приемлемым снижение прочности.

<sup>1</sup> Например, от огнеупоров, используемых в некоторых печных системах, не требуется проявления значительной прочности; наиболее важным требованием к ним является целостность детали.

Для полноты методики разработки материалов необходимо привлекать также некоторые другие характеристики, описываемые при оценке материалов, особенно такие как ползучесть, тенденции медленного роста трещин, статистические распределения размеров дефектов и т. д. И действительно, в данном разделе будет использована информация, приведенная в той части настоящего обзора, которая посвящена оценке материалов. Это подчеркивает сильный взаимообмен, который всегда должен существовать между программами разработки и оценки материалов, и иллюстрирует итерационный характер полной программы разработки.

### *Выбор материалов*

Из общего описания прочностных характеристик керамических материалов, приведенного на рис. 2, ясно, что высокопрочная керамика должна иметь высокий предел пластического течения. Для низкотемпературных условий это не составляет проблемы, поскольку большинство керамических материалов весьма устойчиво к пластическому течению при этих температурах. Трудности возникают с выбором материалов, которые эксплуатируются при высоких температурах.

В самом начале важно выбрать материалы с максимальной устойчивостью к перемещению дислокаций, так чтобы вызываемое дислокациями разрушение происходило только при наивысшей возможной температуре. Этого можно достичь, если выбирать материалы с большими напряжениями Пайерлса. Материалы с большой долей ковалентной связи, такие как  $\text{SiC}$ , обычно характеризуются большими напряжениями Пайерлса вследствие присущего кристаллической решетке сопротивления искажению связей [304]. Точно так же и материалы с некоторой долей ионной связи могут быть устойчивы к перемещению дислокаций, если ионы в структуре расположены так, что движение дислокаций сопровождается сильным увеличением электростатической энергии (например,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) [305]. С другой стороны, к основному материалу можно добавлять регулируемое количество легирующей фазы либо в твердом растворе, либо в качестве дисперсных частиц, с тем чтобы помешать движению дислокаций. В этом смысле особенно целесообразны алиовалентные катионные добавки (см. раздел 1.2).

При выборе добавок необходимо соблюдать следующие основные требования: а) фазовую стабильность при рабочей температуре; б) сравнительно однородное распределение блокирующих дислокацию препятствий в кристаллической решетке; в) исключение образования выделений на границах зерен, которое могло бы привести к преждевременному разрушению вследствие проскальзывания по границам зерен. Последнее требование накладывает весьма серьезные ограничения, хотя возможное решение заключено в монокристаллах, так как уже разработаны методы выращивания очень крупных монокристаллов [306].

Наконец, следует отметить, что при выборе материалов подразумевается, что они должны быть химически устойчивыми в условиях эксплуатации и иметь низкий температурный коэффициент линейного расширения с тем, чтобы свести к минимуму проблемы, связанные с термическим разрушением (см. часть 2).

### Регулирование содержания примесей

Примеси в готовом материале оказывают большое влияние на его свойства, поэтому необходимо осуществлять за ними эффективный контроль. Хороший пример того, как сильно может быть влияние примесей, показан на рис. 66 для двух видов горячепрессованного нитрида кремния. В основном вредное влияние

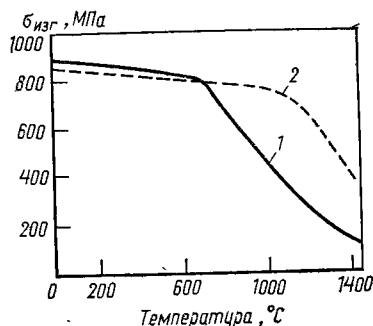


Рис. 66. Температурная зависимость прочности на изгиб  $\sigma_{изг}$  двух видов горячепрессованного нитрида кремния: 1 — стандартный материал; 2 — материал повышенной чистоты

примесей связано с их ролью в создании дефектов (в качестве включений) и в проскальзывании по границам зерен. Вдобавок примеси часто оказывают вредное воздействие на ударную вязкость. Например, реакционноспеченный нитрид кремния, приготовленный из тонкомолотого порошка кремния [307] (так, что конечный продукт содержит значительное количество оксидных фаз и т. д.), имеет значительно меньший  $K_{Ic}$  ( $1,2 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ), чем материал<sup>1</sup>, приготовленный из более грубых порошков ( $2,14 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ) [308].

Положительное воздействие вторых фаз заключается в первую очередь в их ранее обсуждавшемся влиянии на перемещение дислокаций.

Ввиду исключительной важности влияния примесей вызывает удивление тот факт, что было так мало систематических исследований, которые бы увязывали содержание примеси с технологией изготовления и прочностью материала в первую очередь путем выяснения (по отдельности) влияния примесей на размер дефектов, коэффициент интенсивности напряжения и предел пластического течения. Этот пробел ликвидируется в настоящее время несколькими интенсивными исследованиями влияния примесей на свойства высокотемпературной конструкционной керамики.

<sup>1</sup> Хотя мы и предполагаем, что это пример влияния примесей на  $K_{Ic}$ , понятно, что между этими двумя продуктами существует также разница в размере зерен. Однако нам неизвестно о каких-либо других более убедительных исследованиях по влиянию примесей.



После того как были успешно осуществлены выбор материалов и регулирование содержания примесей, остается оптимизировать прочность путем регулирования микроструктуры. Этот процесс тесно связан с ограничениями, налагаемыми технологией, поскольку предложенные микроструктурные модификации не всегда возможны или могут быть экономически неоправданными.

Наиболее значительные улучшения микроструктуры могут быть достигнуты путем уменьшения размера самых крупных дефектов. Здесь представлены два примера. Первый пример — пиролитические покрытия карбида кремния [40]. Прочность на изгиб этих покрытий представлена графически как функция вероятности разрушения (рис. 67). Анализ методами механики разрушения показывает, что дефекты, вызывающие разрушение, являются поверхностными дефектами, связанными с условиями осаждения (рис. 68, а), и достигают глубины 20 мкм (см. раздел 1.1.2). Уменьшение размера поверхностных дефектов, которое может быть достигнуто путем регулирования скорости осаждения и температуры (рис. 68, б), приводит к очень большому, а именно к четырехкратному, повышению медианной прочности. Второй пример от-

носится к реакционноспеченному нитриду кремния [309]. Дефекты в этом материале зависят от метода приготовления. В некоторых материалах прочность контролируют крупные поры [307], а в других существуют еще большие неуставленные критические дефекты [308] (это могут быть дефекты, образованные при соединении пор, но могут быть и частицы примесей или дефекты, заложенные во время прессования). У материалов, в которых прочность контролируют крупные поры, повышение прочности получают путем уменьшения размера или видоизменением морфологии самых крупных пор. Это может быть достигнуто либо совершенствованием технологии [307], либо путем регулируемого окисления [309]. Последнего весьма просто достичь нагревом на воздухе или в кислороде при 1000° С (рис. 69). Рост прочности не столь эффек-

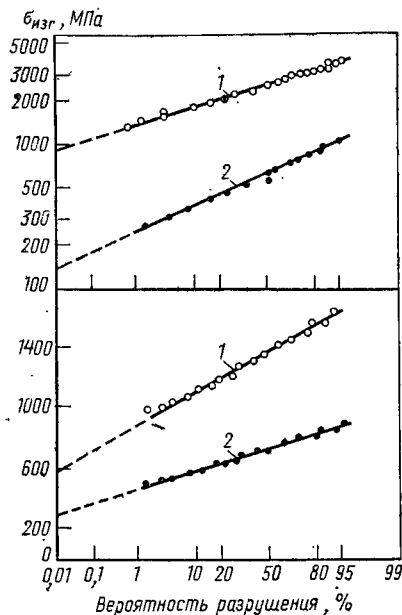


Рис. 67. Прочность при двухосном изгибе внешней (а) и внутренней (б) поверхности полусферических покрытий химически осажденного из паров карбида кремния: 1 — гладкие покрытия; 2 — обычные покрытия

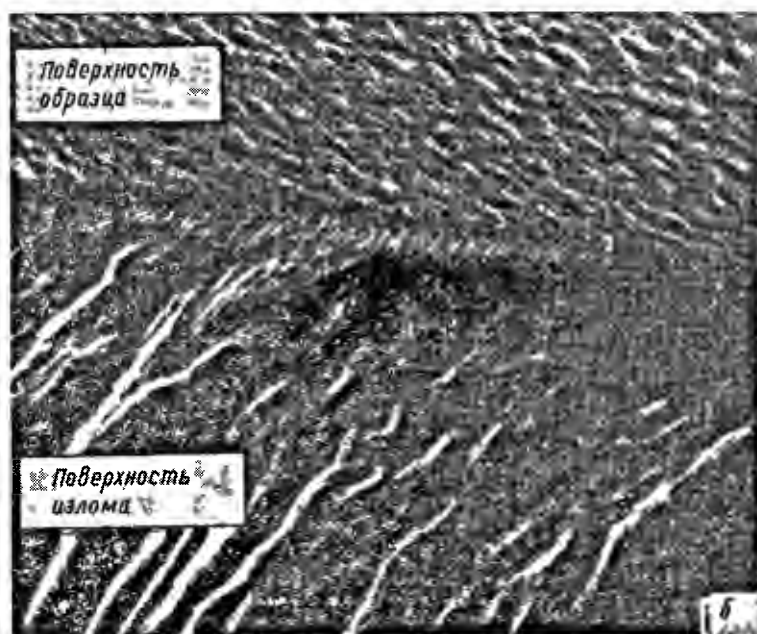
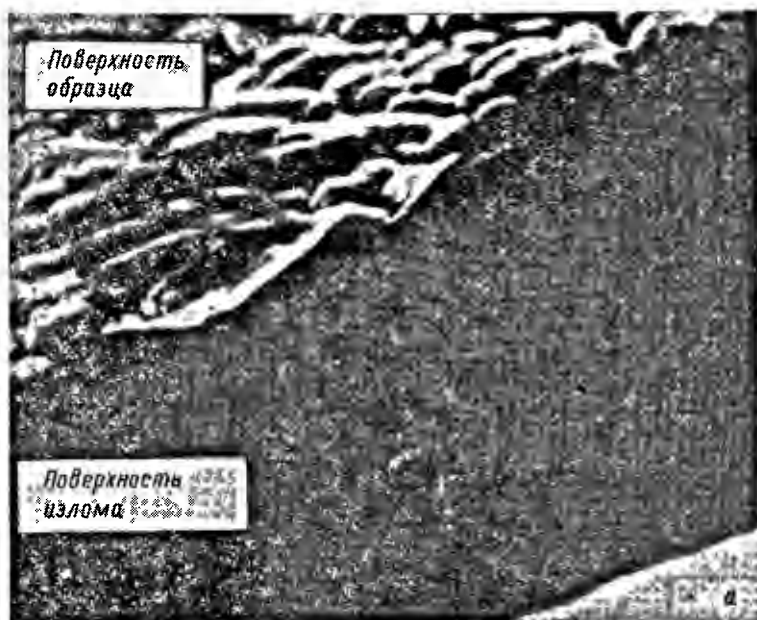


Рис. 58. Микроструктура поверхности карбида кремния, полученного химическим осаждением из паров в «обычных» (а) и регулируемых (б) условиях (сканирующий электронный микроскоп)

тивен, как у карбида кремния, но все же весьма полезен. Степени улучшения, лежащие в диапазоне между теми, что получены на нитриде и на карбиде кремния, могли бы быть достигнуты у большинства материалов при использовании методов анализа разрушения, описанных в данной работе.

Регулирование микроструктуры также может быть весьма эффективно для уменьшения склонности к преждевременному разрушению, вызываемому пластическим течением. Наиболее широко признанным микроструктурным параметром является размер зерна.

Небольшие зерна благоприятствуют высокому пределу текучести дислокаций и соответственно высоким напряжениям для вызываемого дислокациями микрорастрескивания. И наоборот, в процессах пластической деформации, которые включают в себя диффузию или проскальзывание по границам зерен (или вращение зерен), небольшие размеры зерен усиливают склонность к пластическому течению. Поэтому важно определить процессы пластической

деформации, преобладающие в условиях эксплуатации; после этого может быть выбран оптимальный диапазон размеров зерна для получения хорошей устойчивости к разрушению, вызываемому пластическим течением. Другим важным параметром является пористость. В настоящее время ясно, что поры, особенно межзеренные, стремятся понизить предел текучести дислокаций (см. раздел 1.2), а внутризеренные поры усиливают проскальзывание по границам зерен. Поэтому, когда разрушение обусловлено пластическим течением, следует пористость сводить к минимуму.

Влияние микроструктуры на вязкость разрушения в настоящее время представляется довольно неясно; преждевременно предлагать средства регулирования микроструктуры, которые могли бы оптимизировать ударную вязкость. Однако в следующих подразделах представлено некоторое обсуждение общих микроструктурных изменений, которые могли бы быть использованы для достижения большого роста ударной вязкости.

#### 1.4.2. КЕРАМИКА С ВЫСОКОЙ УДАРНОЙ ВЯЗКОСТЬЮ

При рассмотрении процесса остановки трещин (см. раздел 1.3) мы сделали заключение, что удовлетворительная конструкционная характеристика в тех применениях, где неизбежна деградация прочности, может быть обеспечена только путем использования керамических материалов с высокой ударной вязкостью. Если считать удовлетворительным сохранение прочности на уровне 100 МПа, то величина критического коэффициента интен-

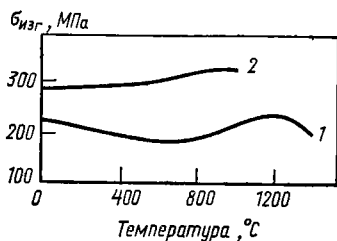


Рис. 69. Прочность реакции нитрида кремния непосредственно после изготовления (1) и после внутреннего окисления при 1000°С в течение 100 ч (2)

сивности напряжения, оцененная по уравнениям (1.61) и (1.62) должна быть обычно примерно  $>100 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ . Это более чем на порядок выше, чем у самых лучших однофазных керамических материалов ( $\text{у } \text{Si}_3\text{N}_4 \text{ } K_{Ic} = 5 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ). Поэтому требуемая вязкость разрушения может быть достигнута только путем придания пластичности или путем разработки композитов с керамической матрицей.

### *Ударная вязкость обусловленная деформацией*

Высокая ударная вязкость может быть достигнута, если в пластичной зоне у кончика трещины вызвать общую деформацию. Для возникновения общей деформации в керамической системе необходимы следующие условия: наличие пяти независимых систем скольжения, действующих при сравнимых уровнях напряжения сдвига, и эффективное взаимное прорезание полос скольжения (см. раздел 1.2). Существует ряд керамических материалов с пятью независимыми системами скольжения, однако условие общей деформации в них не выполняется, поскольку вторичная и первичная системы скольжения действуют на существенно различных уровнях напряжения и потому что взаимное прорезание полос скольжения реализуется нелегко (оба явления приводят к преждевременному образованию микротрещин). Проблемы, связанные с преодолением этих ограничений, весьма громоздки, но, возможно, и не чрезмерно трудны. Маловероятно, чтобы здесь был достигнут быстрый успех, но, тем не менее, следует больше проводить долгосрочные теоретические исследования. Например, рациональный выбор легирующих добавок мог бы уменьшить разницу между напряжениями первичного и вторичного скольжения (учитывая, что регулирующие скорость дислокационные барьеры в этих системах различны).

### *Ударная вязкость композитов*

*Хрупкие керамические дисперсии.* Влияние хрупких дисперсий на вязкость разрушения зависит от эффективности диспергированной фазы в качестве препятствия распространению трещины. Если трещина затормаживается, то она стремится изогнуться между частицами (рис. 70), а это повышает напряжение распространения трещины. Приближенные расчеты интенсивности выделения энергии деформации во время расширения трещины [21] показывают, что напряжение, необходимое для распространения трещины между препятствиями, возрастает с уменьшением отношения расстояния между препятствиями к диаметру препятствия (рис. 71). Эффект становится весьма значительным при больших отношениях  $r_{ob}/d_{ob}$  и, следовательно, данный метод в принципе очень эффективен для повышения  $K_{Ic}$ . Однако проникаемость препятствий накладывает ограничения на эффективность этого метода. Установлено, что

хрупкие частицы непроницаемы только до определенного значения  $r_{об}/d_{об}$ , затем при больших  $r_{об}/d_{об}$  преодоление препятствий происходит до того, как трещина обойдет частицы, и путем дальнейшего увеличения этого отношения нельзя достичь никакого дополнительного увеличения  $K_{Ic}$  (рис. 71). Проницаемость частиц зависит от относительной вязкости разрушения частицы и матрицы и от напряжений вокруг частиц, обусловленных термической и упругой несовместимостью (см. раздел 1.1.2). В идеальном случае частицы должны иметь низкий модуль упругости и сравнимый с матрицей температурный коэффициент линейного расширения, что создает сжатие поперек плоскости трещины, а вместе с тем и высокую вязкость разрушения. Работа, направленная на выявление

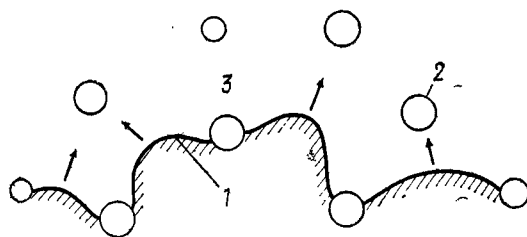


Рис. 70. «Блокирование» трещины препятствиями с низкой проницаемостью: 1 — фронт трещины; 2 — препятствия; 3 — материал без трещин

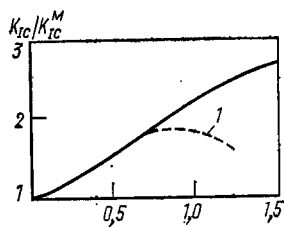


Рис. 71. Влияние расстояния между препятствиями на величину  $K_{Ic}$  для хрупких дисперсий (1 — преодоление препятствий)

подходящих дисперсий, очевидно, заслуживает поощрения, но мы все же полагаем маловероятным, чтобы керамические частицы сообщали значительный рост  $K_{Ic}$ .

**Пластичные металлические дисперсии.** Металлические дисперсии — потенциально более эффективные препятствия для распространения трещин, чем керамические. Похоже, однако, что применение металлосодержащих композитов будет ограничено в основном низкими температурами из-за разрушения металла при окислении, сульфидизации и т. д. В пределах этих ограничений материалы данного типа могли бы найти некоторые интересные применения.

Наиболее многообещающий подход к разработке композитов на основе керамической матрицы с диспергированной металлической фазой включает эвтектическое осаждение металла<sup>1</sup>. Успешно используя данный метод, получили композиты Fe/FeO и Zr/ZrO<sub>2</sub> [310, 311]. Значения  $K_{Ic}$  таких композитов могут быть в несколько

<sup>1</sup> Кроме того, керамико-металлические композиты можно изготавливать горячим прессованием или холодным прессованием со спеканием, чтобы получать материалы с непрерывной металлической фазой, содержащей изолированные керамические частицы, например карбид вольфрама на кобальтовой связке. Они по существу являются материалами с металлической матрицей и керамической диспергированной фазой и не будут рассматриваться в данной работе.

раз больше, чем у матрицы. Рост  $K_{Ic}$  часто бывает больше, чем это можно объяснить эффектом изгибания трещины [21] (см. рис. 71), причем представляется возможным значительное влияние замыкания трещин (благодаря пластической деформации металлической фазы). Тем самым было продемонстрировано, что с помощью осаждения может быть достигнуто полезное увеличение вязкости разрушения и следует стимулировать исследования керамико-металлических эвтектических систем с потенциальным конструкционным применением.

*Армирование волокнами.* Керамические матрицы можно армировать как керамическими [312], так и металлическими волокнами [313]. И те, и другие могут сообщать керамической матрице весьма большое увеличение вязкости разрушения, но посредством совершенно различных механизмов. Так как применение материалов, армированных металлическими волокнами, ограничено относительно низкими температурами (обусловленными окислением волокон и т. д.), мы намерены обратиться главным образом к материалам, армированным керамическими волокнами.

Наиболее широко исследованной системой керамическое волокно — керамическая матрица является система углеродное волокно—стекло (или стеклокерамика). Несмотря на то что эта группа материалов также имеет ограниченную область применения вследствие окисления углеродных волокон (выше  $300^\circ\text{C}$ ) и связанной с этим деградацией прочности, эти материалы служат весьма яркой иллюстрацией возможности волокнистых композитов данного типа и демонстрируют механизмы, которые приводят к большому увеличению вязкости разрушения.

Наибольший выигрыш от введения волокон в керамическую матрицу достигается при ориентированных волокнах [314]. Композиты с хаотично расположенными волокнами обычно имеют удовлетворительную вязкость разрушения, но значительно меньшую прочность, чем материал матрицы, поскольку волокна действуют как дефекты, вызывающие разрушение. Однако недостаток ориентированных композитов состоит в заметной анизотропии механических свойств. С этим борются, изготавливая слоистые конструкционные компоненты, содержащие слои с различной ориентацией волокон, или путем вторичной обмотки волокон. В результате механические свойства правильно спроектированного компонента уступают однослойному компоненту в ортогональном направлении, но превосходят композит с хаотично расположенными волокнами. Последующее обсуждение относится к свойствам композитов с волокнами, ориентированными в ортогональном направлении, представляющими максимальный выигрыш от введения волокон в керамические матрицы.

Были изготовлены стеклянные материалы, армированные углеродным волокном, с прочностью свыше 1000 МПа и поверхностными энергиями разрушения  $\sim 3 \cdot 10^3$  Дж·м<sup>-2</sup> [312, 314]. Таким образом, прочность сравнима с лучшими конструкционными кера-

мическими материалами, а ударная вязкость — с высокопрочными сталями. Очень большие значения вязкости разрушения относятся главным образом на счет энергии, поглощенной во время вытягивания сломанных волокон из матрицы [312]. Величина поглощения энергии, связанная с вытягиванием, зависит в основном от свойств волокон и поверхностей раздела.

Волокна обычно содержат дефекты, которые распространяются вплоть до разрушения благодаря полю напряжений вокруг первичной трещины. Местоположение разрушения зависит от распределения напряжений вокруг трещины и от пространственного распределения самых крупных дефектов в волокнах. Следовательно, разрушение волокон часто происходит в местах, находящихся на некотором удалении от плоскости трещины (рис. 72). Поэтому, как только фронт трещины продвинулся за волокно, отрезок волокна между участком разрушения волокна и трещиной матрицы (рис. 72) должен быть вытянут из матрицы. Во время вытягивания волокон они создают силы противодействия на поверхностях трещины и тем самым эффективно понижают интенсивность напряжения у кончика трещины.

Величина изменения интенсивности напряжения рассчитана не была, но была получена оценка влияния вытягивания волокна на распространение трещины по величине работы, затраченной на преодоление напряжения сдвига на границе раздела между волокном и матрицей. Если допустить, что существует постоянная межфазная прочность на сдвиг  $\tau_{int}$  и постоянное расстояние между крупными дефектами в волокнах  $d_s$ , работа, выполненная в этом процессе  $\Gamma_{po}$ , составит [312]

$$\Gamma_{po} = V_{fiber} \tau_{int} d_s^2 / 12 r_f \text{ при } d_s < (d_s)_c \quad (1.64)$$

или

$$\Gamma_{po} = V_{fiber} \tau_{int} (d_s)_c^3 / 12 r_f d_s \text{ при } d_s > (d_s)_c, \quad (1.65)$$

где величина  $(d_s)_c$  означает критическое расстояние между дефектами в волокне. При  $d_s < (d_s)_c$  все волокна разрушаются по крупным ранее существовавшим дефектам и вытягиваются из матрицы, тогда как при  $d_s > (d_s)_c$  только часть волокон разрушается по крупным ранее существовавшим дефектам, а остальные разрушаются в плоскости разрушения и не вытягиваются. Величина  $(d_s)_c$  зависит от разницы между напряжением, необходимым для

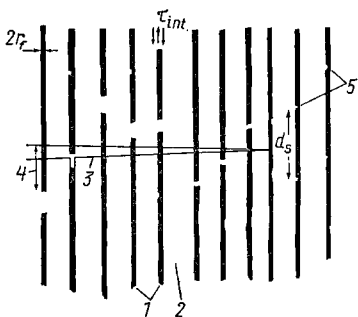


Рис. 72. Схема вытягивания волокна для системы хрупкая матрица — хрупкое волокно: 1 — волокно; 2 — матрица; 3 — трещина матрицы; 4 — вытягиваемый отрезок волокна; 5 — крупные дефекты

расширения крупных дефектов в волокне  $S_f^*$  и прочностью бездефектных волокон  $S_f'$  и составляет [315]

$$(d_s)_c = (S_f' - S_f^*) \Gamma_f / \tau_{int}. \quad (1.66)$$

Подстановка величины  $(d_s)_c$  в уравнение (1.64) дает

$$\Gamma_{po} = V_{fiber} r_f^2 (S_f' - S_f^*) / 12 \tau_{int}^2 d_s. \quad (1.67)$$

Из этого уравнения очевидно, что волокнистые композиты с керамической матрицей с оптимальной вязкостью разрушения (благодаря вытягиванию волокон) имеют наибольшие возможные значения  $V_{fiber}$ ,  $r_f$  и  $(S_f' - S_f^*)$  и минимальные значения  $\tau_{int}$  и  $d_s$  при условии, что  $d_s > (d_s)_c$ . Максимальная величина  $V_{fiber}$  обычно ограничивается при изготовлении уровнем, при котором происходит взаимодействие между волокнами с ухудшением свойств матрицы. Максимальные значения  $r_f$  и  $S_f' - S_f^*$  определяются методом изготовления волокон и подвергаются изменениям в пределах, диктуемых экономикой производства волокон. Межфазная прочность на сдвиг в композитах с керамической матрицей обычно обусловлена механической связью между волокном и матрицей [312] и в принципе могла бы изменяться, если уделить достаточное внимание поверхности волокна. Наконец, расстояние между крупными дефектами в волокне следует регулировать так, чтобы иметь  $d_s < (d_s)_c$ ; возможности достижения этого условия тоже зависят от приготовления волокна. Композиты с оптимальной вязкостью разрушения, таким образом, готовят путем тщательного регулирования механических свойств волокон, как это диктуется уравнением (1.67).

Меньший, но значительный вклад в вязкость разрушения вносит еще и другой процесс. Он состоит в перераспределении напряжений, которое происходит при разрушении волокна [316]. Влияние разрушения волокна на интенсивность напряжения у кончика трещины рассчитано не было, но мы и в этом случае можем получить оценку его влияния по изменению энергии, сопровождающему разрушение. Полная величина рассеиваемой энергии  $\Gamma_d$  выражается как

$$\Gamma_d \approx V_{fiber} (\sigma')^3 r_f / 6 \tau_{int} E_f. \quad (1.68)$$

Из рассмотрения уравнений (1.64) и (1.67) ясно, что регулирование процесса изготовления волокон, которое ведет к увеличению  $\Gamma_{po}$ , увеличивает также и  $\Gamma_d$  и не будет создавать никаких осложнений с противодействующими эффектами. Наконец, если используются металлические волокна, происходит дополнительное рассеивание энергии благодаря пластической деформации в волокнах, замыкающей поверхности трещины.

Механизмы, которые способствуют повышению вязкости разрушения, таким образом, достаточно полно выяснены, и на этой основе можно проектировать волокна для композиционных материалов. Однако для конструктивных применений недостаточно раз-



работать материал с высокой вязкостью разрушения, требуется также и высокая прочность. Стекланные композиты, армированные углеродным волокном, были изготовлены с высокой прочностью посредством тщательного подбора коэффициентов расширения волокна и матрицы [314], так что вблизи поверхности раздела создавались только небольшие термические напряжения, и путем использования такого режима горячего прессования, который обеспечивает совершенную плотность матрицы. Однако намного труднее доводить конструкционные композиты с керамической матрицей до совершенной плотности, не повреждая волокна и не ухудшая их механические свойства. До сих пор попытки получить композиты с достаточно высокой прочностью были безуспешны. Композиты с низкоплотными матрицами изготавливаются легко, но в них очень велик размер дефектов матрицы (намного больше диаметра волокна), а прочности соответственно низки [317].

Итак, принципы, лежащие в основе производства высоковязких и высокопрочных композитов с керамической матрицей, установлены. Задержка с появлением этих материалов связана с трудностями изготовления. Во-первых, требуются методы производства недорогих высокотемпературных волокон (таких как карбидкремниевые и нитридкремниевые). Во-вторых, необходимо разработать методы изготовления, которые позволят производить композиты с высокоплотными матрицами, не вызывая обширного повреждения волокон. Если бы все это было достигнуто экономичным путем, волокнистые композиты с керамической матрицей смогли бы найти широкое применение для высокотемпературных конструкционных целей.

## ОЦЕНКА МАТЕРИАЛОВ

Полная и действенная программа оценки материалов требует, чтобы все факторы, влияющие на возможное поведение материала при эксплуатации, были исследованы и документально подтверждены. Для конструкционных керамических материалов существенными составными частями такой программы (см. рис. 1) являются: медленный рост трещин, статистические и размерные эффекты, удары летящими частицами, термический удар, многоосное напряжение, ползучесть. Требуется информация о каждой из этих составных частей, чтобы соотнести краткосрочную прочность (измеренную типичными испытаниями на изгиб или растяжение) керамики, имеющей оптимальную прочность, с длительной эксплуатационной прочностью компонента, изготовленного из того же материала.

Для любого полно охарактеризованного компонента условия применения диктуют максимальное напряжение в эксплуатации, требования к сроку службы и допустимую вероятность разрушения. Методика оценки материалов должна, таким образом, давать информацию, необходимую для прогнозирования с достаточной точностью срока службы и вероятности разрушения компонентов, изготовленных из определенного керамического материала. Тогда исследования по конструированию изделия и выбору материалов можно эффективно проводить, не прибегая к дорогостоящим экспериментальным работам. Эффективная программа оценки материалов должна основываться на твердых научных принципах и использовании методик, позволяющих получать требуемые данные с минимальным числом испытаний. Еще совсем недавно оценке материалов не уделялось должного внимания, поэтому достоверных сведений о керамических материалах было мало. В последнее время были установлены научные принципы оценки материалов и методов испытания, и они представлены здесь в качестве руководства как для уже начатых программ, так и для весьма широких программ, которые должны быть развернуты впоследствии.

Методы испытаний рассматриваются в первом разделе, так как разработка и использование соответствующих методик являются основными предпосылками любой эффективной программы оценки материалов. При работе с керамическими системами требуются методики для экспериментального определения трех основных категорий измерения: механики разрушения, прочности при разрушении и деформационной прочности. Методы испытаний описываются в рамках этих категорий.

## 2.1. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

### 2.1. 1. МЕХАНИКА РАЗРУШЕНИЯ

Прежде всего отметим некоторые общие черты, присущие исследованию механики разрушения керамических систем:

1. Предел текучести керамических материалов, как правило, весьма высок, а следовательно, размер пластической зоны у кончика трещины мал. Поэтому в отличие от металлов пластичность обычно не накладывает ограничений по толщине образцов при исследовании механики разрушения. Единственное ограничение по толщине, которое обычно необходимо накладывать, состоит в том, что поперечное сечение должно быть достаточно велико, чтобы в нем были представлены все элементы микроструктуры материала.

2. Ограниченная пластичность создает также идеальные условия для измерения механики разрушения в том смысле, что нет никаких отклонений от линейной упругости и никаких растрескиваний перед распространением трещины. Поэтому, как правило, можно не определять смещение измерительных зажимов у кончика трещины (что обычно делают для учета этих эффектов) и вполне достаточно для расчета  $K_{Ic}$  использовать только величину нагрузки при распространении трещины.

3. Параметры механики разрушения могут быть получены при испытании образцов с искусственной трещиной. Очевидно, что легче применять надпилы, однако при этом всегда существует некоторая неопределенность, связанная с получаемыми величинами. Поэтому имеет смысл приложить небольшие дополнительные усилия для внесения трещины, но зато быть уверенным в надежности измерений.

4. Многие конструкционные керамические материалы эксплуатируются при высоких температурах, так как именно в высокотемпературном режиме отчетливо проявляется преимущество керамики перед металлами в прочности, особенно в диапазоне  $1000\text{--}1600^\circ\text{C}$ . Поэтому методики, которые применяют для исследований при температурах свыше  $1000^\circ\text{C}$ , заслуживают серьезного рассмотрения.

Имеется большое количество образцов, пригодных для измерения параметров механики разрушения. Выбор образца определяется главным образом видом испытания.

#### *Конфигурации образцов*

К числу образцов, которые были наиболее строго стандартизированы (и наиболее подходят для измерений, проводимых на металлических системах при обычной температуре), относятся: I — образец на трех- четырехточечный изгиб, II — образец на растяжение с трещиной на ребре, III — компактный образец на растя-

ТАБЛИЦА 6  
ОБРАЗЦЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ  
ВИДОВ ИСПЫТАНИЙ

Вид испытаний	Тип образца	
	комнатная температура	высокая температура
$K_{Ic}$ при низкой скорости нагружения:		
пористый материал . . . . .	V, VI, VII	VI
беспористый материал . . . . .	I, III, IV	I, VI
$K_{Ic}$ при высокой скорости нагружения . . . . .	I, IV	I, IV
Зависимость скорости роста трещины от $\Delta K_I$		
или $K_I$ . . . . .	IV, V, VI, VII	VI
$K_I$ при остановке трещины ( $K_{Ia}$ ) . . . . .	VI, VIII, IX	VI

жение и IV — образец в виде двухконсольной балки (табл. 5) [1, 2]. Схема образцов и их калибровочные значения  $Y$  [см. уравнение (1.5)] представлены на рис. 73—76.

- Любые из этих образцов можно использовать для измерений на керамических материалах, так как образцы каждого типа с внесенными трещинами дают сопоставимые значения  $K_{Ic}$  [3, 4]. Наименее пригоден образец на растяжение с трещиной на ребре, так как для его правильной ориентации необходима сложная система зажимов. Усиленно рекомендуется образец на изгиб, который приводит к наиболее эффективному использованию материалов. Трудности, связанные с внесением «хороших» трещин, до недавнего времени накладывали ограничения на использование этого образца, однако последние усовершенствования процесса внесения трещины [5] (с использованием термических напряжений) открыли путь к будущему применению таких образцов.

Конфигурации образцов, которые позволяют получать значения  $K_I$ , независимые от длины трещины (образцы с постоянным  $K$ ), находят широкое применение в керамических системах. Имеются три образца такого типа: V — сужающаяся консольная балка, VI — образец для двойного скручивания и VII — образец с постоянным моментом (табл. 5) [6—11]. Схемы образцов и формулы для подсчета интенсивности напряжения приведены на рис. 77—79. Простейшим образцом, с точки зрения механической обработки и испытания, является образец для двойного скручивания, который имеет большие возможности.

Рассмотрим теперь образцы, которые наиболее целесообразно использовать для каждого вида измерений параметров механики разрушения.

$K_{Ic}$  при низких скоростях нагружения. Критический коэффициент интенсивности напряжения обычно измеряют при относительно низких скоростях нагружения. Полученные значения можно затем применять для прогнозирования разрушения при эквивалентных скоростях нагружения в эксплуатации.

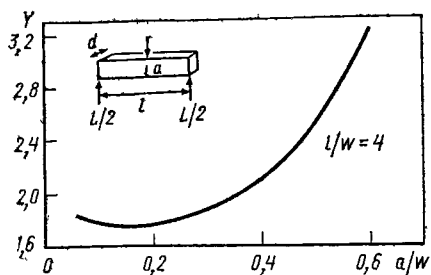


Рис. 73. Схема образца на изгиб с внесенной трещиной для определений механики разрушения:  $K_I = Y (3iL/2dw^3) \sqrt{a}$ ;  $Y = 1,93 - 3,07 (a/w) + 13,66 (a/w)^2 - 23,98 (a/w)^3 + 25,22 (a/w)^4$

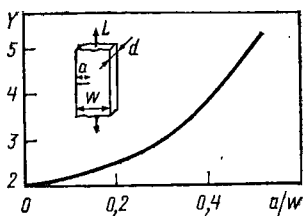


Рис. 74. Схема образца на растяжение с трещиной на ребре:  $K_I = Y (L/dw) \sqrt{a}$ ;  $Y = 1,99 - 0,41 (a/w) + 18,70 (a/w)^2 - 38,48 (a/w)^3 + 53,85 (a/w)^4$

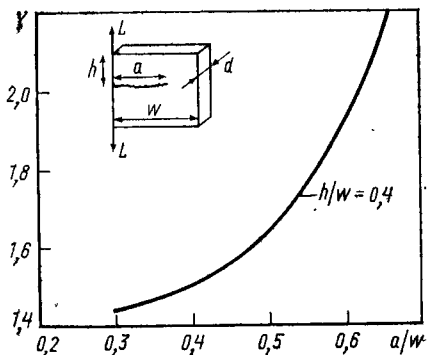


Рис. 75. Схема компактного образца на растяжение:  $K_I = Y (L/dw) \sqrt{a}$

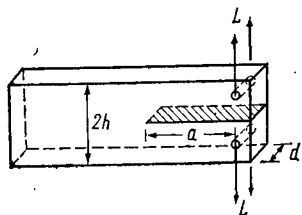


Рис. 76. Схема образца в виде двойной консольной балки:  $K_I = [La/(d^2h^3)]^{1/2} (3,47 + 2,32h/a)$

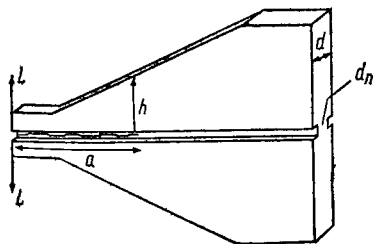


Рис. 77. Схема образца в виде сужающейся двойной консольной балки:  $K_I = 2L (m^0/dd_n)^{1/2}$ ;  $m^0 = 1/h + 3a^2/h^3$

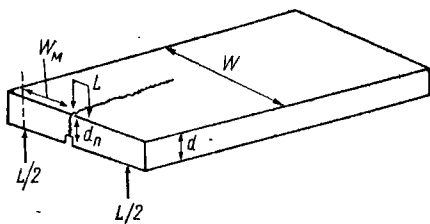


Рис. 78. Схема образца для двойного скручивания:

$$K_I = L W_M [3 (1 + \nu) / w d^3 d_n]^{1/2}$$

Выбор метода зависит как от температуры измерения, так и от пористости материала. В беспористых материалах внесенные трещины можно легко обнаружить с помощью проникающего красителя или путем оптического наблюдения и сравнительно точно измерить длину трещины. Следовательно, при комнатной температуре обычные методики можно использовать без затруднения. Поэтому рекомендуется, чтобы использовалась та из стандартных методик — двойной консольной балки, изгиба, компактного растяжения, двойного скручивания, — которая наиболее

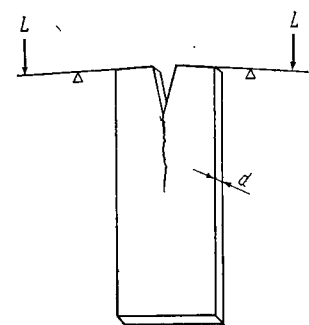


Рис. 79. Схема образцов в виде двойной консольной балки с постоянным моментом:

$$K_I = M/(Id)^{1/2}$$

удобна в смысле доступности материала, возможностей механической обработки, испытательного оборудования и возможностей внесения трещины. При измерениях в условиях повышенных температур на методику испытания накладываются дополнительные ограничения (в особенности при испытаниях на воздухе при температуре выше 1000° С). При этих температурах невозможно использовать металлические нагружающие элементы, а керамические системы для создания растягивающей нагрузки дороги. Поэтому предпочтительны образцы, для которых применяют сжимающее нагружение. Следовательно, рекомендуются образцы для изгиба и двойного скручивания.

Для пористых материалов обнаружение внесенных трещин с помощью красителей или оптических методов представляет собой задачу исключительной трудности, и точные измерения длины

трещины редко бывают возможны. Поэтому для таких материалов и для любых других материалов, в которых измерения длины трещины представляют трудность, важно, чтобы измерения длины трещины были исключены. Лучший способ достичь этого — использовать образцы с постоянным  $K$ . При комнатных температурах может быть использован любой из трех образцов, показанных на рис. 77—79, причем выбор опять-таки зависит от доступности материала, возможностей механической обработки и испытательного оборудования. Однако при высоких температурах необходимость применения сжимающего нагружения вынуждает отдавать предпочтение образцам для двойного скручивания [12].

$K_{Ic}$  при высоких скоростях нагружения. В некоторых конструкционных системах можно ожидать условий быстрого нагружения. Поэтому важно определить, отличается ли критический коэффициент интенсивности напряжения при быстром нагружении —  $K_{ID}$  — от значения для медленного нагружения —  $K_{Ic}$ . Этот вид измерения можно весьма эффективно проводить с помощью оснащенной измерительными приборами ударной ма-

шины [13], которая измеряет характеристику нагрузка — время при разрушении. Максимальная нагрузка в сочетании со стандартными уравнениями по интенсивности напряжения (см., например, рис. 73) может быть затем использована для подсчета  $K_{ID}$ . Ударные машины обычно требуют сжимающего нагружения испытуемого образца и, следовательно, предпочтительными являются образцы с внесенными трещинами для изгиба и для двойного скручивания.

*Коэффициенты интенсивности напряжения при медленном росте трещины.* Известно что при медленном росте трещины коэффициент интенсивности напряжения  $K$  однозначно связан со скоростью роста трещины  $v$  [14]. Следовательно, требуются методы, которые допускают одновременное измерение  $K$  и  $v$ . Для измерения скорости роста трещины желательно иметь сравнительно большую длину распространения трещины, чтобы получить как можно больше данных с одного и того же образца. Поэтому образцы на изгиб и компактные образцы на растяжение обычно не применяют для этого типа измерения.

В прозрачных материалах за трещиной можно легко проследить оптически, и образец в виде двойной консольной балки хорошо подходит для получения параметров  $K$  и  $v$  [15]. Большинство керамических материалов, однако, непрозрачно, и здесь требуются иные методы измерения роста трещины. Так как податливость образца служит чувствительным показателем длины трещины, то в принципе можно определять рост трещины, используя измерения податливости образца <sup>1</sup>, как описано ниже.

При любой конфигурации образца существует определенное соотношение между податливостью и длиной трещины. Для некоторых образцов имеются аналитические решения, например для двойной консольной балки и для двойного скручивания [10]. Эти решения могут быть использованы для последующего анализа или же уравнение податливости может быть выведено эмпирически. Приняв в качестве определения податливости  $\lambda = y/L$  и проведя дифференцирование по времени, имеем

$$dy/dt = \lambda (dL/dt) + L (d\lambda/da)(da/dt); \quad (2.1)$$

$$da/dt = [(dy/dt) - \lambda (dL/dt)] / L (d\lambda/da). \quad (2.2)$$

Экспериментальные определения скорости роста трещины лучше всего могут быть проведены при выполнении одного из двух условий, налагаемых на испытание: постоянной нагрузке или

<sup>1</sup> Для контроля за изменением длины трещины в металлических материалах успешно используют измерения электрического сопротивления. Этот метод не слишком эффективен применительно к керамическим материалам вследствие присущего им высокого удельного сопротивления. Для металлических систем также эффективно используют ультразвуковые методы; их следовало бы приспособить и к керамическим системам там, где можно осуществить контакт преобразователя с образцом.

постоянном смещении. Для постоянной нагрузки уравнение (2.2) дает

$$da/dt = (dy/dt)/L (d\lambda/da). \quad (2.3)$$

Таким образом, скорость роста трещины при постоянной нагрузке может быть рассчитана, если смещение непрерывно контролируется как функция времени (при условии, что известно соотношение между податливостью и длиной трещины). Для постоянного смещения уравнение (2.2) дает.

$$da/dt = -\lambda (dL/dt)/L (d\lambda/da). \quad (2.4)$$

Скорость роста трещины тем самым получается из скорости релаксации нагрузки.

Лучших результатов в экспериментальном определении скорости роста трещин достигают при использовании образцов с постоянным  $K$ . У этих образцов податливость линейно связана с длиной трещины, так что  $d\lambda/da$  представляет собой константу  $B$ , которая зависит только от размеров образца и упругих констант. Для случая постоянной нагрузки (или постоянного соотношения смещение — скорость роста)

$$da/dt = (dy/dt)/BL. \quad (2.5)$$

В условиях постоянного смещения

$$\frac{da}{dt} = -\frac{\lambda}{BL} \left( \frac{dL}{dt} \right) = -\frac{a_0 L_0}{L^2} \left( \frac{dL}{dt} \right) = -\frac{a_f L_f}{L^2} \left( \frac{dL}{dt} \right). \quad (2.6)$$

Следует отметить, что метод постоянного смещения особенно эффективен, так как для получения полной диаграммы  $K - v$  необходимо контролировать только нагрузку.

В связи с этим рекомендуется, где только возможно, использовать образцы с постоянным  $K$  для расчета параметров механики разрушения при медленном росте трещины. Подтверждающие данные могут быть получены (если это необходимо) на образцах в виде двойной консольной балки. При высоких температурах, когда точные измерения смещения затруднены, образцы с постоянным  $K$  почти незаменимы, особенно образец для двойного скручивания, с которым используют зажимные приспособления для сжимающей нагрузки.

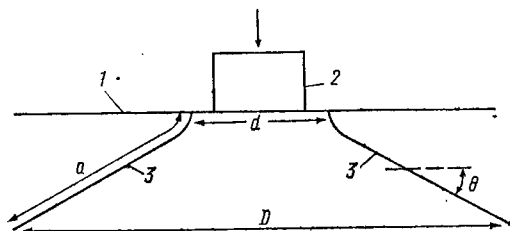
Наконец, следует отметить, что скорости распространения трещины в условиях циклического нагружения могут быть получены с использованием эквивалентных аналитических форм, если заменить нагрузку или смещение на амплитуду нагрузки  $\Delta L$  или амплитуду смещения  $\Delta y$ ; например, приращение длины трещины за цикл  $\Delta a$  при постоянной амплитуде смещения дается выражением [16]

$$\Delta a = -a_0 L_0 \Delta L / [L (L + \Delta L)]. \quad (2.7)$$



*Коэффициенты интенсивности напряжения при остановке трещины.* Условие остановки трещины определяет деградацию прочности, которая происходит в таких условиях эксплуатации, когда характер возникновения напряжений главным образом связан с термическим ударом или ударом летящими частицами. Следовательно, необходимо иметь образцы для измерения значения  $K_I$  при остановке трещины, т. е.  $K_{Ia}$ . В металлических системах используют образец типа двойной консольной балки с клиновидной нагрузкой (VIII, табл. 4) [17], однако такой образец трудно приспособить для керамических систем, хотя этого можно

Рис. 80. Схема системы Герца, используемой для исследований остановки трещины: 1 — поверхность; 2 — цилиндрический штамп; 3 — трещина Герца



достичь, если обеспечить хороший контроль за перемещением клина. Намного более эффективный способ остановки трещины состоит в использовании нагрузки Герца (рис. 80) с помощью цилиндрического штампа (IX, табл. 4) [18]. При таком нагружении легко осуществляется остановка трещины [19]. Не существует общего метода калибровки  $K$  для образцов с конфигурацией Герца; но если эксперименты проводятся на материале с известным  $K_{Ic}$ , то можно эмпирически откалибровать любую систему (путем измерения зависимости между нагрузкой при распространении трещины и длиной трещины в области ее стабильного роста [18]). Наконец, отметим, что образец для двойного скручивания, кроме того, может быть эффективно использован при исследованиях остановки трещины при испытаниях с неподвижными захватами [18], особенно в сочетании с очень жестким динамометрическим датчиком, например пьезоэлементом, и жесткой системой нагружения.

## 2.1.2. ПРОЧНОСТЬ ПРИ РАЗРУШЕНИИ

Прочность при разрушении в отличие от вязкости разрушения не является параметром материала. Следовательно, метод, выбранный для измерений прочности при разрушении, зависит исключительно от того, с какими целями проводится измерение. Краткий обзор литературы, касающейся измерения прочности при разрушении, указывает на существование четырех основных целей: а) исследовать относительное влияние на прочность микроструктуры, температуры и т. д. при оптимизации и разработке материалов; б) охарактеризовать статистическую функцию распределе-

ния прочности для прогнозирования влияния размера на прочность; в) изучить влияние многоосных напряжений на прочность при разрушении; г) провести модельные эксперименты и попытаться определить действительную прочность компонента и связанные с ней статистические колебания.

Для исследования относительных изменений прочности наиболее желательным является самый простой метод, который может быть использован во всем диапазоне испытываемых переменных. Поэтому чаще всего применяют испытания с трехточечным изгибом.

Расчет функции распределения прочности — задача намного более трудная. Необходимо предельная тщательность в проведении

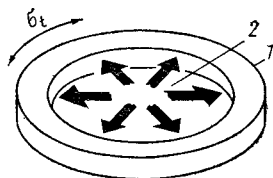


Рис. 81. Схема испытания кольцеобразного образца (1) на растяжение с помощью внутреннего давления (2)

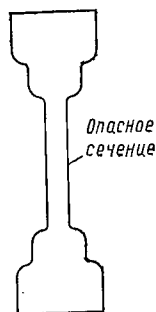


Рис. 82. Схема прямого образца для испытаний на растяжение

эксперимента, чтобы убедиться в том, что точное распределение напряжений в испытываемом образце известно и воспроизводимо во всей серии измерений. С точки зрения анализа данных по распределению напряжения наиболее удовлетворительным видом напряженного состояния является одноосное растяжение. Такого напряженного состояния трудно достигнуть в хрупких материалах, так как все «паразитные» напряжения, например посторонние изгибающие напряжения или моменты кручения, должны быть исключены. В наиболее удовлетворительных методах обычно для достижения однородного распределения нагрузки использовали системы гидростатического нагружения [20]. Из этих методов с наибольшим успехом применяют метод импульсного испытания внутренним давлением, разработанный в Стенфордском научно-исследовательском институте [21] (рис. 81). Однако образцы для этого испытания дороги, а само испытание нельзя проводить при повышенных температурах. В последнее время значительные усилия прилагались для разработки точных методов испытания на растяжение, используя для исключения изгибающих моментов разнообразные приемы ориентирования нагрузки [22]. Образцы для этих испытаний (рис. 82) также дороги, но сам метод испытания обладает большей приспособляемостью, чем испытание внутренним давлением, так как эксперименты можно проводить при различных внешних условиях и температурах. Кроме того, испытания можно проводить в широком диапазоне размеров

образцов, для того чтобы получить строгую оценку выбранной функции статистического распределения.

Для многоосного испытания на прочность требуется дальнейшее усложнение. Для того чтобы получить удовлетворительную интерпретацию данных по многоосному испытанию на прочность, желательно, чтобы объем материала, в котором начинается разрушение, находился бы при постоянном напряжении (заданного типа) и чтобы этот объем оставался неизменным при изменении напряженного состояния. Это позволяет избежать трудностей, связанных с поправками на объем и градиент напряжения, кото-

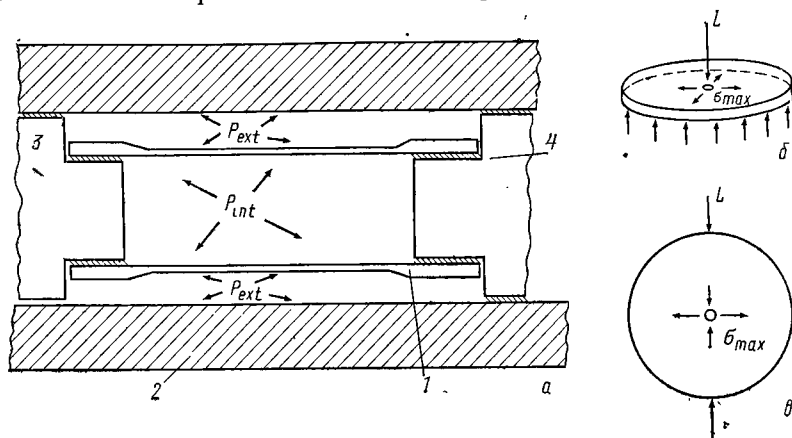


Рис. 83. Схемы образцов для двухосных измерений прочности (а), для испытания на двухосное растяжение методом двухосного изгиба (б) и для испытания на сжатие—растяжение (в):

1 — образец; 2 — камера давления; 3 — неподвижная торцовая пробка; 4 — подвижный поршень

рые нужно вносить вследствие статистических изменений размера дефекта, если допускается изменение объема.

Методы испытания, которые удовлетворяют этому требованию, основаны на использовании трубок, нагруженных посредством приложения внутреннего и внешнего давления и осевого сжатия [20, 23, 24]. Условия этих методов испытания сложны вследствие проблем, связанных с исключением «паразитных» изгибающих напряжений, напряжений трения и т. д. Для иллюстрации заложенных в этот метод принципов на рис. 83 приведена схема типичного образца (более подробно этот метод описан в работе [23]). Уменьшенное поперечное сечение в центре трубки нужно для того, чтобы гарантировать, что разрушение не произойдет вблизи концов трубки, где напряжения неоднородны. Напряжения, создающиеся при приложении внутреннего и внешнего давления к трубке, соответственно равны [24]

$$\sigma_{ax} = [p_{int} r_i^2 + p_{ext} (r_{eff}^2 - r_0^2)] / (r_0^2 - r_i^2), \quad (2.8)$$

$$\sigma_h = [p_{int} (r_0^2 + r_i^2) - 2p_{ext} r_0^2] / (r_0^2 - r_i^2), \quad (2.9)$$

где  $r_{eff}$  — эффективный радиус при осевом нагружении. Сочетание внутреннего и внешнего давлений можно, таким образом, использовать для получения напряжений в квадранте растяжение — растяжение; внешнее давление или сочетание внутреннего давления и осевой нагрузки используют для квадранта растяжение — сжатие; осевую нагрузку используют для квадранта сжатие — сжатие.

Другие, менее гибкие методы испытания используют для специфических соотношений многоосных напряжений. Их примеры показаны на рис. 83, б и в. Поля напряжений при этих методах в большинстве случаев неоднородны в области начала разрушения. Поэтому следует полностью представлять себе влияние градиента напряжения и объема на прочность, прежде чем использовать эти методы для оценки влияния напряженного состояния на прочность. Таким образом, данные методы находят лишь ограниченное применение — при теоретических исследованиях эффектов напряженного состояния. Образец для двухосного растяжения [25] является единственным, который можно приспособить для того, чтобы получить область постоянного напряжения заданного типа. Поэтому данный образец может быть полезным в относительно простом методе сравнения прочностей при одноосном и двухосном (1 : 1) растяжении. Остальные методы вряд ли могут использоваться, кроме, пожалуй, как для текущих испытаний многоосным напряжением хорошо изученных материалов, где более низкая стоимость образца и более простые испытательные устройства служат важным достоинством.

Наконец, до тех пор, пока математически не сформулировано полное и точное описание влияний размера и напряженного состояния на прочность, для того чтобы определять прочность реальных компонентов, мы должны полагаться главным образом на моделирующие эксперименты. Кроме того, статистическую функцию распределения прочности, которая описывает прочность компонентов и может быть использована в целях прогнозирования разрушения, устанавливают только на типичных компонентах. Поэтому испытания, которые моделируют распределения напряжений в эксплуатации, все еще представляют собой важную разновидность испытаний на прочность. Ясно, что каждый компонент требует весьма специфического вида испытания, который приспособлен к практическому применению этого компонента.

### 2.1.3. СКОРОСТЬ ДЕФОРМАЦИИ

Измерения скорости деформации необходимы для прогнозирования изменений размеров, которые происходят в конструкционном компоненте вследствие макроскопической пластичности. Эта информация особенно важна для высокотемпературных конструкционных материалов. Типичная деформация материалов в эксплуатации обычно происходит в условиях квазистатических

напряжений (ползучесть) или в условиях циклического напряжения (усталость), поэтому для данных видов нагружения и требуются сведения о скоростях деформации.

В большинстве случаев конфигурации образцов для измерений ползучести и усталости сходны. В идеальном случае для эффективного анализа данных скорость деформации следовало бы определять при одноосном растяжении, как у металлов. Однако, как отмечалось выше, эти измерения затруднены и требуют больших материальных затрат. Образцы, пригодные для испытаний на растяжение, могут быть изготовлены с использованием ультразвукового метода [26], хотя эта методика в экспериментах по ползучести еще не была использована. На стержнях из монокристаллов  $Al_2O_3$  [27] и поликристаллических  $Al_2O_3$  [28, 29] и  $BeO$  [29] механической обработкой получали специальное опасное сечение для испытания на ползучесть при растяжении, а образцы без такого специального сечения из монокристаллического [30] и поликристаллического [31]  $Al_2O_3$  испытывали на растяжение. Однако, за несколькими исключениями, эксперименты по ползучести керамики обычно проводят на изгиб или сжатие<sup>1</sup>, и в таких случаях возникают некоторые проблемы при интерпретации экспериментальных данных.

#### Испытания на изгиб

Большинство ранних испытаний на ползучесть проводилось с использованием трех- или четырехточечного изгиба. Эти эксперименты довольно легко проводить, но они имеют тот недостаток, что в деформированном образце находятся области как сжатия, так и растяжения (рис. 84), так что необходимы некоторые допущения для интерпретации пластического поведения.

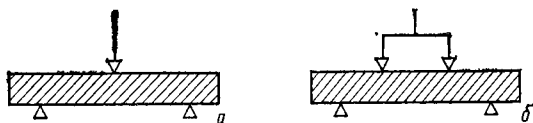


Рис. 84. Схема испытания на изгиб при трехточечном (а) и четырехточечном (б) нагружении

При испытаниях на четырехточечный изгиб (рис. 84, б) обычно принимают, что деформация является только упругой, так что максимальное напряжение в наружном слое образца  $\sigma_{\max}$  связано с нагрузкой  $L$  выражением

$$\sigma_{\max} = \frac{3}{2} \frac{(l - l')}{l^2} \frac{L}{2d\omega^2}, \quad (2.10)$$

где  $l$  — расстояние между опорными точками;  $l'$  — расстояние между точками приложения нагрузки;  $d$  — ширина образца;  $\omega$  — высота образца.

Уравнение (2.10) строго справедливо только в условиях ньютоновской (линейной) вязкой ползучести, когда скорость деформации прямо пропорциональна напряжению (т. е. когда  $\dot{\epsilon} \sim \sigma^n$ , а  $n = 1$ ). Когда ползучесть является невязкой, так что скорость ползучести пропорциональна некоторой степени

<sup>1</sup> Имеются также методы испытания на ползучесть при скручивании [312], но эта методика используется редко.

приложенного напряжения, которая больше единицы ( $\eta > 1$ ), уравнение (2.10) может быть выражено в виде

$$\sigma_{\max} = (l - l') (2\eta + 1) L/2\eta dw^2.$$

На практике принято для интерпретации данных о ползучести использовать уравнение (2.10), хотя оно приводит к погрешностям, когда поведение значительно отклоняется от вязкой ползучести. В типичной ситуации, когда  $\eta \approx 5$ , истинная величина  $\sigma_{\max}$  составляет  $\sim 0,73$  от рассчитанной по уравнению (2.10).

Имеется также еще и другое соотношение, которое включает как чувствительность скорости деформации  $m^{**}$ , равную  $1/\eta$ , так и коэффициент деформационного упрочнения материала  $x$  [32]. В данном случае

$$\left. \begin{aligned} m^{**} &= (\partial \ln M_b / \partial \ln \dot{\epsilon})_{\epsilon}, \\ x &= (\partial \ln M_b / \partial \ln \dot{\epsilon})_{\dot{\epsilon}}, \end{aligned} \right\} \quad (2.11)$$

где  $M_b$  — изгибающий момент балки. При четырехточечном изгибе, в котором по активной длине действует также изгибающий момент:

$$\sigma_{\max} = [(l - l') L/2dw^2] (2 + x + m^{**}).$$

При ньютоновском вязком поведении  $x = 0$ , а  $m^{**} = 1$ , так что данное уравнение сводится к уравнению (2.10) при  $x = 0$ .

При четырехточечном нагружении максимальная деформация в наружном слое  $\epsilon_{\max}$  может быть рассчитана, опять же если допустить, что при малых отклонениях деформация носит упругий характер, по уравнению

$$\epsilon_{\max} = 6yw/(l - l') (l + 2l'), \quad (2.12)$$

где  $y$  — измеренное отклонение в точках приложения нагрузки<sup>1</sup>.

Как и прежде, если поведение является невязким, то используется соотношение, при котором максимальная деформация в наружном слое может быть выражена:

$$\epsilon_{\max} = 2w (\eta + 2) y / (l - l') [l + l' (\eta + 1)], \quad (2.13)$$

что сводится к уравнению (2.12) при  $\eta = 1$ . В данном случае разница между значениями  $\epsilon_{\max}$ , рассчитанными по уравнениям (2.12) и (2.13), зависит как от величины  $\eta$ , так и от отношения  $l/l'$ . Можно показать, что расхождение, связанное с использованием уравнения (2.12), когда  $\eta > 1$ , может быть сведено к минимуму выбором относительно низкого значения  $l/l'$ . Например, при  $l/l' \approx 2$  и  $\eta \approx 5$  величина  $\epsilon_{\max}$ , рассчитанная по уравнению (2.12), составляет  $\sim 0,85$  истинного значения.

Уравнения (2.10)—(2.13) могут также использоваться при экспериментах с трехточечным изгибом, если принять  $l' = 0$  (рис. 84, а). Уравнения (2.10) и (2.12), однако, становятся даже менее удовлетворительными, чем при четырехточечном изгибе, если  $\eta \gg 1$ . Например, в случае, когда  $\eta = 5$ , уравнение (2.12) дает величину  $\epsilon_{\max}$ , которая составляет  $\sim 0,43$  истинного значения.

### Испытания на сжатие

Некоторые последние исследования были проведены с использованием одноосного сжатия, что позволяет обойтись без допущений, необходимых для интерпретации данных об изгибе. Преимущества этой методики включают сведение к минимуму роли хрупкости, присущей большинству керамических материалов,

<sup>1</sup> Экспериментально легко определить общее отклонение в точках приложения нагрузки. Однако в некоторых случаях, особенно когда имеются большие образцы, можно непосредственно измерять  $y'$  — отклонение балки посередине между двумя внутренними точками нагружения. При этих обстоятельствах, поскольку радиус кривизны образца между точками приложения нагрузки постоянен, максимальная деформация наружного слоя выражается как  $\epsilon_{\max} = 4y'w/l^2$ .

и отсутствие требований по созданию специального уменьшенного опасного сечения и специальных зажимных устройств. Следует принимать меры предосторожности, чтобы избежать проблем, связанных с продольным изгибом образца; вообще говоря, продольный изгиб более вероятен в образцах, имеющих большое отношение длины  $l$  к ширине  $w$ . Однако, как известно, основные расхождения в степени продольного изгиба наблюдались в номинально идентичных образцах, испытанных при сходных условиях и имевших отношение  $l/w \approx 4$  [33]; эти расхождения, возможно, возникают вследствие незначительных колебаний в точности ориентирования образцов при их установке для проведения испытаний на сжатие.

Для поликристаллов продольного изгиба легко избежать, используя образцы, имеющие отношение  $l/w \approx 1,5$ ; для монокристаллов на нижний предел этого отношения накладывают ограничение скольжения вблизи концов образца [33]. Это наглядно показано на рис. 85 на примере двух кристаллов со структурой типа хлористого натрия, имеющих разную длину и ориентированных для множественного скольжения по  $\{110\}$ , где в более длинном образце общая деформация развивается в большем объеме. Заштрихованные участки на рис. 85 обозначают области, где скольжение ограничено вследствие концевых эффектов. На практике эксперименты показывают, что монокристаллы с отношением  $l/w \approx 3$  дают адекватную общую деформацию в центральной части образца, а продольный изгиб по сути дела исключен путем использования соответствующих ограничителей для предотвращения бокового смещения концов образца относительно оси напряжения; деформация регистрируется при этом между двумя точками в средней части образца.

Дополнительная проблема испытаний на ползучесть при сжатии состоит в том, что в условиях постоянной нагрузки напряжение, действующее на образец, уменьшается в связи с увеличением площади поперечного сечения. К условиям постоянного напряжения можно приблизиться путем добавления заранее определенных приращений нагрузки через равные интервалы деформации ( $\sim 0,01$ ) [34] или же эти условия могут быть в точности соблюдены при использовании машины для испытания на ползучесть, оборудованной профилированным плечом рычага [35].

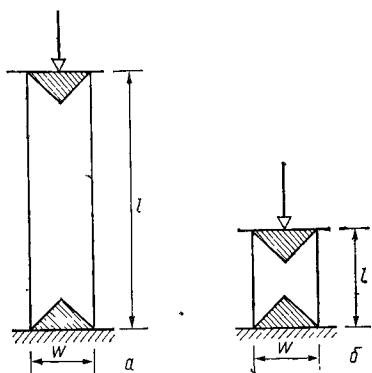


Рис. 85. Схема сжатия образцов монокристаллов со структурой типа хлористого натрия с  $l/w$ , равной 4 (а) и 1,5 (б).

Штриховкой обозначены участки, где скольжение ограничено вследствие концевых эффектов

## 2.2. МЕДЛЕННЫЙ РОСТ ТРЕЩИН

Субкритический рост трещин во многих керамических материалах предшествует катастрофическому разрушению. Наиболее широко освещены в литературе эффекты статической усталости, которые происходят в стекле [36], фарфоре [37], керамике из оксида алюминия [38] и др. в присутствии гидроксильных ионов. Вместе с тем имеется и много других примеров, в частности при повышенных температурах. Очень важным примером является горячепрессованный нитрид кремния, в котором весьма сильно проявляется медленный рост трещин при температурах  $>1000^\circ\text{C}$  как на воздухе [39, 40], так и в аргоне [40]. Ожидается, что

у большинства разновидностей керамики, предназначенной для использования в качестве высокотемпературных конструкционных материалов, в предлагаемых условиях эксплуатации будет проявляться медленный рост трещин. Поэтому для расчетов при проектировании чрезвычайно важно получить сведения о степени медленного роста трещин и выявить механизм, контролирующий медленный рост трещин (чтобы попытаться свести к минимуму вредные воздействия на прочность).

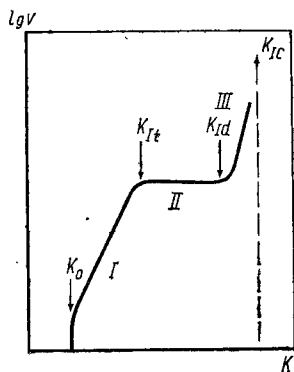


Рис. 86. Диаграмма скорости роста трещины  $v$  — коэффициент интенсивности напряжения  $K_I$ :  
I—III — области медленного роста трещины

В настоящее время установлено, что для большинства процессов медленного роста трещин существует единое соотношение между скоростью роста трещины  $v$  и коэффициентом интенсивности напряжения  $K$  при данных условиях окружающей среды [14], т. е. скорость роста трещины по существу не зависит от геометрии образца и способа нагружения. Наблюдалось максимум четыре области медленного роста трещины (рис. 86), предшествующего катастрофическому разрушению (при  $K_I = K_{Ic}$ ). Во многих, а возможно во всех материалах требуется некоторая минимальная интенсивность напряжения  $K_0$  для того, чтобы поддерживать медленный рост трещины, так что имеется предварительная область с нулевым ростом трещины. При  $K_I > K_0$   $K_I$  возрастает одновременно с  $v$ , а  $v$  часто пропорциональна  $K_I^n$  (где  $n$  — константа); затем может следовать плато, на котором распространение трещины происходит с постоянной скоростью; наконец, часто наблюдается область быстро возрастающей скорости трещины до того, как  $K_I$  достигнет  $K_{Ic}$ .

Диаграммы коэффициент интенсивности напряжения — скорость трещины имеют фундаментальное значение и могут быть использованы как для прогнозирования соответствующих параметров прочности, зависящих от времени, когда разрушение регулируется распространением трещины, так и для анализа механизмов медленного роста трещины. Керамические материалы обычно содержат ранее существовавшие трещины, и анализ распространения трещин оказывается, как правило, весьма уместным для прогнозирования разрушения. Имеются некоторые исключения, но это особые случаи, и поэтому сосредоточим внимание в основном на распространении трещины.

### 2.2.1. ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РАЗРУШЕНИЯ

Диаграммы коэффициент интенсивности напряжения — скорость трещины могут быть использованы для того, чтобы прогнозировать зависящие от времени параметры прочности посредством опе-



рации интегрирования. Аналитически в обобщенной форме может быть получено время до разрушения при постоянной нагрузке, а время до разрушения (или разрушающие напряжения) в условиях переменного напряжения может быть определено числовыми методами или аналитически при специфических соотношениях  $K - v$ . В следующих разделах описаны связанные с этим аналитические выкладки.

### *Время до разрушения при постоянном напряжении*

Дифференцируя уравнение механики разрушения  $K_I = \sigma Y \sqrt{a}$ , по времени при постоянном напряжении, получаем

$$dK_I/dt = (\sigma Y/2 \sqrt{a}) (da/dt) + \sigma \sqrt{a} (dY/dt). \quad (2.14)$$

Подставляя  $v = da/dt$  и производя преобразования, имеем

$$dt = (2/Y^2 \sigma^2) (K/v) (dK - K d \ln Y). \quad (2.15)$$

Было показано [41], что, за исключением трещин с очень большой исходной длиной ( $a_0/w > 0,3$ ), данные изменения величины  $Y$  не имеют большого влияния на уравнение роста трещины. Отсюда уравнение (2.15) обычно сводится к виду

$$dt = (2/\sigma^2 Y_0^2) (K/v) dK, \quad (2.16)$$

где  $Y_0$  — значение  $Y$  для исходной трещины. Последующее интегрирование дает

$$t_f = (2/\sigma^2 Y_0^2) \int_{K_{II}}^{K_{Ic}} (K/v) dK, \quad (2.17)$$

где  $t_f$  — время до разрушения. Это наиболее общая форма выражения для времени до разрушения; чтобы получить само значение времени до разрушения, можно ввести соотношение между  $K$  и  $v$  и произвести интегрирование. Например, когда  $v = \alpha^* K^n$ , получаем [42]

$$t_f = [2/\sigma^2 Y^2 \alpha^* (n-2)] (1/K_{II}^{n-2} - 1/K_{Ic}^{n-2}), \quad (2.18)$$

а при постоянной  $v$

$$t_f = (K_{Ic}^2 - K_{II}^2)/\sigma^2 Y^2 v. \quad (2.19)$$

При смешанном соотношении  $K - v$  время до разрушения получается путем раздельного интегрирования в соответствующих областях и сложения получаемых величин времени. Например, соотношение  $K - v$ , приведенное на рис. 86, дает соотношение напряжение — время до разрушения по типу показанного на рис. 87.

Абсолютная величина  $t_f$  зависит от коэффициента  $K_{II}$ , который определяется размером ранее существовавших дефектов и напря-

жением. Размер дефектов есть статистическая величина, которая подробно рассматривается в разделе 2.3. Таким образом, полное описание процесса разрушения может быть получено путем сочетания соотношений  $K - v$  для медленного роста трещины со статистическими параметрами прочности, полученными для условий быстрого разрушения. Например, если для описания данных по прочности использовать неограниченное распределение типа

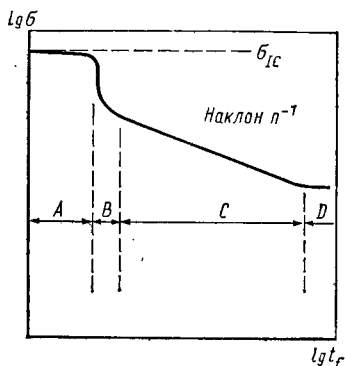


Рис. 87. Соотношение время до разрушения — напряжение, соответствующее диаграмме  $K_I - v$  (см. рис. 86):  $A - K_d < K_{II} < K_{IC}$ ;  $B - K_t < K_{II} < K_d$ ;  $C - K_0 < K_I < K_t$ ;  $D - K_{II} < K_0$

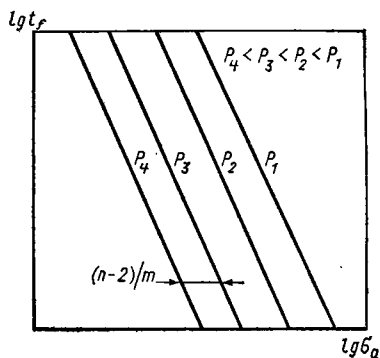


Рис. 88. Диаграмма срок службы — напряжение—вероятность, основанная на использовании функции Вейбулла для аппроксимации экспериментальных данных (наклон кривых равен  $-(n-2)/m$ )

распределения Вейбулла <sup>1</sup>, то время до разрушения при низкой вероятности последнего (примерно  $<0,1$ ) выражается в виде

$$\log t_f = \frac{(n-2)}{m} \log P - n \log \sigma + \log \left[ \frac{2}{\alpha^* (n-2) Y^2 K_{IC}^{n-2}} \right] - \frac{J}{m}, \quad (2.20)$$

где  $J$  — константа для данной конфигурации испытуемых образцов и данной совокупности дефектов;  $P$  — вероятность разрушения, а  $m$  — масштабный параметр. Этот результат может быть выражен графически в виде зависимостей напряжение — срок службы по типу изображенных на рис. 88. Эти диаграммы могут быть использованы для оценки пригодности материала при любых хорошо определенных условиях применения, т. е. когда были установлены максимальное напряжение в эксплуатации, требования по сроку службы и допустимым вероятностям разрушения.

<sup>1</sup> Выбор функции Вейбулла в данном случае не связан с допущениями о соответствующем распределении размеров дефектов, она просто использована здесь в контексте как уравнение с широкой применимостью, аппроксимирующее экспериментальные данные.

Исходя из того же самого основного соотношения  $K = \sigma Y \sqrt{a}$ , можно аналитически исследовать разрушение в условиях переменного напряжения, но только при определенных соотношениях  $K - v$ . Используя соотношение  $v = \alpha^* K^n$ , которое широко применимо к керамическим системам [14] (особенно в режиме критически низких скоростей), можно, подставляя его вместо  $K$ , получить

$$v = da/dt = \alpha^* \sigma^n Y^n a^{n/2}, \quad (2.21)$$

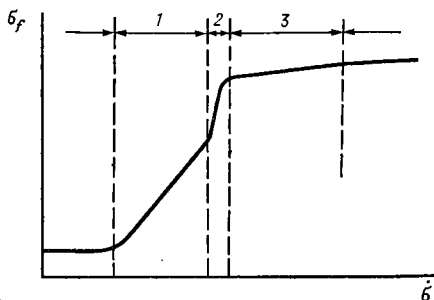


Рис. 89. Зависимость разрушающего напряжения для диаграммы  $K_I - v$ , приведенной на рис. 86: 1 — преобладание области I; 2 — то же, II; 3 — то же, III

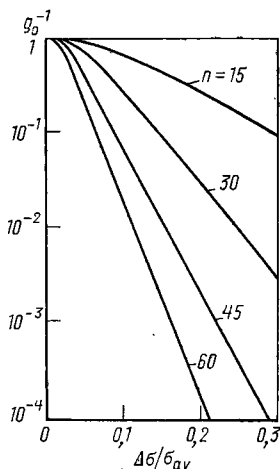


Рис. 90. Параметр циклического медленного роста трещины  $g_0$ , представленный как функция относительной амплитуды цикла напряжения  $\Delta\sigma/\sigma_{av}$

которое после преобразования (при небольших трещинах и постоянном  $Y$ ) дает

$$\int_0^{t_f} \sigma^n dt = \frac{1}{Y^n \alpha^*} \int_{a_0}^{a_c} \frac{da}{a^{n/2-1}} = \frac{2}{(n-2) Y^n \alpha^*} \left[ \frac{1}{a_0^{n/2-1}} - \frac{1}{a_c^{n/2-1}} \right]. \quad (2.22)$$

Подстановка в это уравнение известной зависимости напряжения от времени и интегрирование позволяют рассчитать время до разрушения или разрушающее напряжение, исходя из начальной длины трещины  $a_0$ .

Простейшим условием является постоянная скорость роста напряжения  $\dot{\sigma}$ ; напряжение при разрушении  $\sigma_f$  (при  $n \geq 5$ ) в этом случае определяется выражением [42—44]

$$\sigma_f^{n+1} = [2(n+1)/\alpha^* Y^2 (n-2)] \dot{\sigma} (S/K_{Ic})^{n-2}, \quad (2.23)$$

где  $S$  — разрушающее напряжение в отсутствие медленного роста трещин. Разрушающее напряжение, таким образом, является статистически распределенной величиной [42], связанной со статистической функцией распределения для  $S$ . При постоянной

вероятности разрушающее напряжение должно изменяться со скоростью роста напряжения, так что [43]  $\sigma_f \sim \dot{\sigma}^{1/(n+1)}$ . При смешанном соотношении  $K - v$  прочность изменяется более сложным образом в зависимости от скорости роста напряжения. Для четырехстадийного соотношения  $K - v$  (см. рис. 86) полученные зависимости прочности представлены на рис. 89 [44].

Могут быть также получены решения и для условий циклического нагружения (модель механической усталости), если допустить, что механизм медленного роста трещины идентичен механизму, который имеет место в условиях квазистатического напряжения [16, 41, 45]. Интегрирование здесь намного сложнее, чем для квазистатических задач, а результат может быть выражен в форме [16]

$$(t_f)_c / (t_f)_s = g_0^{-1}, \quad (2.24)$$

где  $g_0$  — величина, которая зависит от показателя степени  $n$ , типа цикла и отношения амплитуды напряжения к среднему напряжению  $(\Delta\sigma/\sigma_{av})$ . Значения  $g_0^{-1}$  для синусоидального цикла представлены на рис. 90 в зависимости от  $\Delta\sigma/\sigma_{av}$  при типичных значениях  $n$  [16].

## 2.2.2. МЕХАНИЗМЫ МЕДЛЕННОГО РОСТА ТРЕЩИНЫ

Было предложено много потенциально возможных механизмов роста трещины. По-видимому, в настоящее время мы не сможем детально охватить все эти варианты. Поэтому рассмотрим только те процессы, которые наиболее важны в керамических системах, сознавая, что этот список не может быть исчерпывающим.

### *Процессы, связанные с окружающей средой*

Адсорбция, или реакция с объектами окружающей среды, у кончика трещины может приводить к медленному росту трещины. Точный механизм реакции (адсорбции) зависит от материала и окружающей среды. Наиболее хорошо исследованным материалом является стекло, в котором рост трещины развивается в гидроксилсодержащих средах; эта система рассмотрена здесь как иллюстрация. Было постулировано несколько механизмов, обуславливающих влияние ионов гидроксила на напряжение, необходимое для расширения трещины: а) вызываемое адсорбцией понижение прочности связи (сравните с охрупчиванием жидким металлом) [46]; б) усиливаемое напряжением растворение материала у кончика трещины [47]; в) возникновение растягивающих напряжений у кончика трещины в результате ионного обмена [48]. Механизмы «а» или «б» согласуются с имеющимися данными о медленном росте трещины [49]. Если скорость трещины контролируется скоростью реакции (адсорбции) у кончика

трещины, то скорость трещины пропорциональна скорости реакции. Из кинетики реакции вытекает [49]:

$$v = \alpha^* (kT/h) [\text{OH}^-]^{\chi^0} [C_s] \exp(-\Delta G/kT), \quad (2.25)$$

где  $\chi^0$  — порядок реакции;  $\alpha^*$  — константа;  $C_s$  — концентрация силоксановых связей у кончика трещины и  $[\text{OH}^-]$  — концентрация гидроксильных ионов в окружающей среде;  $\Delta G$  — свободная энергия активации реакции (адсорбции) и содержит четыре члена:

$$\Delta G = \Delta E^0 - T \Delta S + p \Delta V + V_m \Gamma' / r^*, \quad (2.26)$$

где  $\Delta E^0$  — изменение внутренней энергии системы во время активации;  $p$  — гидростатическое давление у кончика трещины;  $\Delta V$  — активационный объем;  $V_m$  — полярный объем и  $\Gamma'$  — межфазное поверхностное натяжение на поверхности раздела стекло — раствор. Давление  $p$  связано с напряжениями у кончика трещины зависимостью

$$p = -1/3 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}). \quad (2.27)$$

у кончика трещины  $\sigma_{11} = K_I / V(\pi r^*)$ ,  $\sigma_{22} = 0$  и для плоской деформации  $\sigma_{33} = \nu \sigma_{11}$ . Поэтому при данной концентрации корродирующих объектов и данной температуре

$$v = \alpha'' \exp[-\Delta E^0/RT] \exp \times [K_I \Delta V (1 + \nu) / 3kT V(\pi r^*)] \quad (2.28)$$

Таким образом, скорость роста трещины должна экспоненциально зависеть от  $K_I$ . Экспериментальные данные по контролируемому окружающей средой медленному росту трещины в керамических системах часто могут с удовлетворительной точностью согласовываться с экспоненциальным соотношением в области I диаграммы  $K - v$ . Поэтому кажется, что медленный рост трещины в области I регулируется скоростью процесса реакции (адсорбции), происходящего у кончика трещины. Подробный механизм реакции между гидроксилсодержащей средой и структурой стекла у кончика трещины был предметом нескольких исследований, особенно же исследований влияния температуры [36] (рис. 91), состава стекла [49] (рис. 92) и pH среды [49]

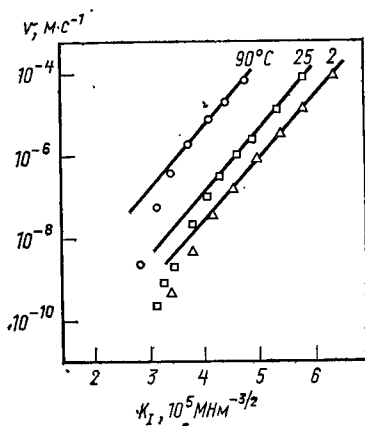


Рис. 91. Влияние температуры на скорость роста трещины в известково-натриевом стекле, находящемся в воде

<sup>1</sup> Большинство данных может быть с еще большей точностью описано логарифмическим соотношением  $v = \alpha^* A K^n$ ; однако это поведение все еще не вполне понятно.

(рис. 93). Эта сложная проблема, которая все еще не разрешена полностью.

Область II медленного роста трещины также является характерной особенностью медленного роста трещины, вызываемого окружающей средой. В этой области  $K_I$  не зависит от скорости роста трещины и механизм, который контролирует рост трещины, должен быть независим от напряжения. Похоже, что скорость контролируется диффузией корродирующих объектов к кончику трещины. В последнее время появился подробный анализ процесса, лимитированного диффузией медленного роста трещины,

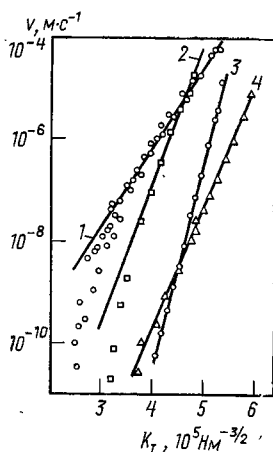


Рис. 92. Влияние состава на медленный рост трещины в стекле, находящемся в воде при комнатной температуре: 1 — известково-натровое; 2 — боросиликатное; 3 — кварцевое; 4 — алюмосиликатное I стекло

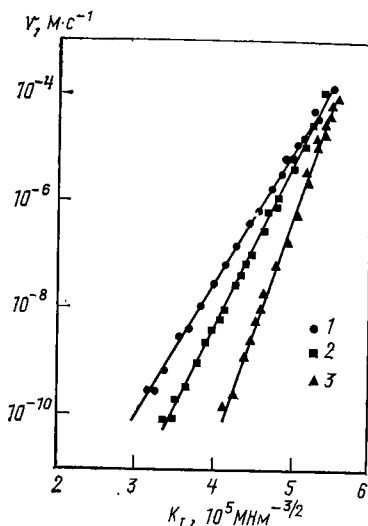


Рис. 93. Влияние pH среды на медленный рост трещины в кварцевом стекле при комнатной температуре: 1—3 — pH буферного раствора соответственно равно 12,2; 6,3; 1,8

и этот анализ, по-видимому, объясняет существенные особенности распространения трещины в области II.

Наконец, в отсутствие ранее существовавших острых трещин распространению должно предшествовать зарождение трещин. Это весьма специфическая ситуация, которая может встречаться, например, в стеклянных волокнах и химически полированном стекле, у которого удалено большинство поверхностных дефектов. Роль окружающей среды в зарождении трещины в этом случае весьма существенна, а ионный обмен является одним из основных механизмов зарождения трещины [48], даже несмотря на то, что он, по-видимому, не оказывает существенного влияния на распространение трещины [49].

Медленный рост трещин в керамических материалах может происходить и в отсутствие вредного воздействия окружающей среды, в частности при повышенных температурах. В некоторых случаях рост трещины может быть связан с пластичностью кончика трещины. До настоящего времени были выявлены три самостоятельных пластических эффекта, хотя подробные модели для всех случаев не были разработаны.

Распространение трещины, усиливаемое пластичностью кончика трещины, впервые наблюдалось некоторое время тому

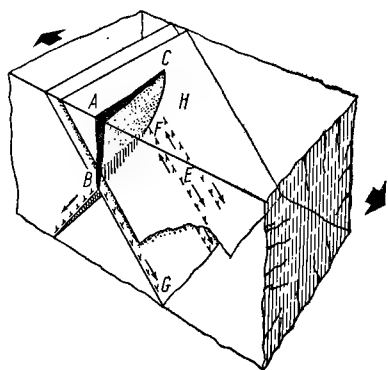


Рис. 94. Схема механизма расширения трещины, вызванного активностью дислокаций у кончика трещины [51]

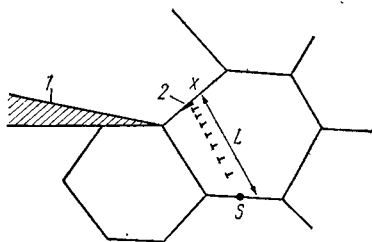


Рис. 95. Схема механизма облегчаемого дислокациями распространения трещины в поликристаллах: 1 — первичная трещина; 2 — вторичная трещина

назад в монокристаллах, проявляющих дислокационную активность [51], например  $\text{MgO}$ . Данный процесс происходит только тогда, когда приложенное напряжение сдвига превышает критическую величину проекции напряжения сдвига для движения дислокаций в первичной системе скольжения  $(\tau_r)_c$ . В этих условиях не наблюдается обширной деформации вследствие немногочисленности источников легко активируемых дислокаций; вместо этого стремятся активироваться источники с низкой активностью вблизи кончика трещины. В результате действия этих источников выделяются дислокации, которые могут распространяться через кристалл, так как  $(\tau_r)_c$  было превышено. Перед выделением из кристалла дислокации часто будут осуществлять поперечное скольжение, а другие дислокации, создаваемые у источника поперечного скольжения, будут направляться назад, к кончику трещины [51, 52] (рис. 94). Признаком дислокаций поперечного скольжения может быть то, что напряжение у кончика трещины усиливается полем дислокационных напряжений, а следовательно, распространение трещины может происходить при значениях  $K_I < K_{Ic}$ . Однако не было установлено, характеризуется ли этот процесс определенным соотношением  $K - v$  и связана ли величина коэффициента  $K_I$ , необходимого для распространения

трещины, с такими параметрами материала, как  $(\tau_r)_c$ , плотность и местоположение источников дислокаций и т. д.

Более важный (для конструкционных керамических материалов) процесс происходит в поликристаллах. Границы зерен в поликристаллах часто действуют как источники и препятствия для дислокаций [53]. Следовательно, субкритическое распространение трещины вследствие активности дислокаций может наблюдаться и ниже макроскопического критического значения проекции касательного напряжения. Эта модель представлена на рис. 95. Дислокации могут активироваться из источников на границе зерна (точка  $S$  на рис. 95) посредством поля сдвиговых напряжений около кончика трещины. Тогда, если плоскости скольжения соответственно сориентированы, дислокации движутся через зерно и скапливаются на соседней границе зерна (точка  $X$  на рис. 95). Таким образом, поле местных растягивающих напряжений вследствие скопления дислокаций может создавать трещину (по Строху) [54], а эта трещина может соединяться с первичной трещиной в результате действия поля растягивающих напряжений вокруг первичной трещины. Механизм этой модели весьма сложен, так как напряжение сдвига, обусловленное первичной трещиной, изменяется на плоскости скольжения между точками  $S$  и  $X$ , а это изменение зависит от ориентации плоскости скольжения и месторождения источника дислокаций. Следовательно, не все источники и плоскости скольжения создают значительные скопления дислокаций. Подобно этому и расширение «строховой» трещины до первичной трещины происходит не всегда, а зависит от местоположения скопления дислокаций  $X$  относительно кончика трещины. Подробный анализ [55] показывает, что этот процесс реален и что основные параметры, влияющие на распространение трещины, могут быть определены с помощью относительно простого аналитического подхода.

Прежде всего примем, что число дислокаций в скоплении зависит от среднего значения напряжения сдвига в плоскости скольжения  $\bar{\tau}$ ; тогда получим [41, 55]

$$n^* = l^* [\bar{\tau} - (\tau_r)_c] / \mu b, \quad (2.29)$$

где  $l^*$  — длина скопления (приблизительно эквивалентная размеру зерна), а  $\bar{\tau}$  — сопротивление движению дислокаций (напряжение Пайерлса для многих керамических материалов). Местное растягивающее напряжение  $\sigma$  вследствие скопления дислокаций (в точке  $X$ ) равно

$$\sigma \approx n^* [\bar{\tau} - (\tau_r)_c] \approx l^* [\bar{\tau} - (\tau_r)_c]^2 / \mu b \quad (2.30)$$

Трещина зарождается на конце скопления дислокаций, когда достигается теоретическая прочность, если допустить, что на границе зерна нет ранее существовавших дефектов. В первом при-



ближении теоретическая прочность связана с поверхностной энергией разрушения  $\Gamma$  уравнением [56]

$$\sigma_{th} = \sqrt{E\Gamma/\alpha_0}, \quad (2.31)$$

где  $\alpha_0$  — атомный размер. Совместно решая уравнения (2.30) и (2.31), получаем, что образование трещины происходит, когда среднее напряжение сдвига в плоскости скольжения составляет

$$\bar{\tau} = (\tau_r)_c + [E^3 b^2 \Gamma / l^{*2} (1 + \nu)^2 \alpha_0]^{1/4}. \quad (2.32)$$

Напряжение сдвига в плоскости скольжения связано с коэффициентом интенсивности напряжения выражением [сравните с уравнением (1.11)]

$$\tau = (K_I / \sqrt{2\pi r}) f''(\theta). \quad (2.33)$$

Таким образом, среднее напряжение сдвига в плоскости скольжения (рис. 95) равно

$$\bar{\tau} = \chi K_I / \sqrt{2\pi l^*}, \quad (2.34)$$

где  $\chi$  — константа ( $< 1$ ), которая зависит от положения и ориентации плоскости скольжения. Подстановка  $\bar{\tau}$  в уравнение (2.32) дает коэффициент интенсивности напряжения для образования трещины у скопления дислокаций. Если предположить, что эта трещина немедленно соединится с первичной трещиной, то критическое значение  $K_I$  для распространения трещины станет равным

$$K_I = \chi^{-1} \{ \sqrt{2\pi l^*} (\tau_r)_c + [4E^3 \pi^2 b^2 \Gamma_g / (1 + \nu)^2 \alpha_0]^{1/4} \}, \quad (2.35)$$

где  $\Gamma_g$  — энергия разрушения границы зерна (использована потому, что этот тип разрушения при повышенных температурах часто вызывается примесями [57]).

При дальнейшей разработке в модель вводят зависимость напряжения сдвига от скорости деформации. В первом приближении будем считать, что скорость деформации вблизи кончика трещины пропорциональна скорости роста трещины. Скорость деформации пропорциональна также средней скорости дислокаций по уравнению (1.28), а скорость дислокаций связана с напряжением сдвига [см. уравнение (1.34)]. Следовательно,  $K_I$  связан со скоростью роста трещины уравнением [41]

$$K_I = \xi' V^{1/m^*} + \xi'_0. \quad (2.36)$$

Это уравнение выявляет функциональную форму, сходную с эмпирическим соотношением для медленного роста трещины  $v = \alpha K^n$ , причем при небольших  $\xi'_0$  экспонента медленного роста трещины  $n$  эквивалентна чувствительности к скорости деформации  $m^*$ .

Модель роста трещины этого типа потенциально приемлема для материалов, показывающих ограниченную дислокационную активность у кончика трещины, таких как  $MgO$  [58],  $Al_2O_3$  [59]

(при повышенных температурах),  $\text{UO}_2$  [53] и большинство других оксидов при соответствующем температурном режиме. Необходимые исследования распространения трещины были проведены только с керамикой из оксида алюминия [41]. Полученные данные (рис. 96) качественно согласуются с этой моделью:  $K_I$  начинает снижаться при температуре  $\sim 600^\circ\text{C}$ , когда впервые наблюдается дислокационная активность у кончика трещины [59]; как  $n$ , так и  $m^*$  (последний выведен по данным работы [60]) являются

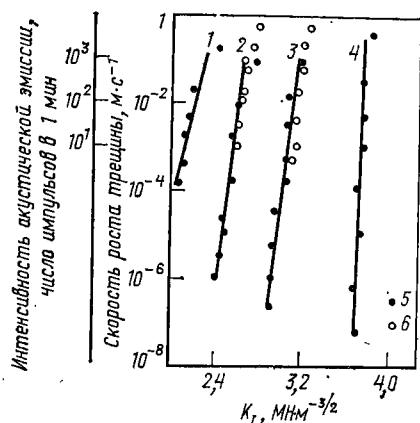


Рис. 96. Скорости роста трещины в поликристаллическом оксиде алюминия («лукалокс»): 1—4 — температура испытания образцов, соответственно равна 1300, 1200, 1000 и  $600^\circ\text{C}$ ; 5 — значения скорости роста трещины; 6 — значения интенсивности акустической эмиссии

большими числами; преобладает разрушение по границам зерен. Для дальнейшей разработки количественной модели потребуются

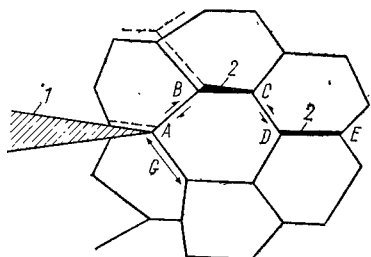


Рис. 97. Схема механизма медленного роста трещины, вызываемого проскальзыванием по границам зерен: 1 — первичная трещина; 2 — вторичные трещины

исследования механики разрушения, в частности при повышенных температурах.

Аналогичный процесс происходит, когда начинает проявляться пластичность кончика трещины, выражающаяся в проскальзывании по границам зерен. Этот процесс может преобладать в материалах, которые не обнаруживают значительной дислокационной активности, например  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , при повышенных температурах [41, 61, 62]. Детали этой модели пока еще не были разработаны, однако представляется, что процесс идет так, как представлено на рис. 97. Проскальзывание первоначально происходит вдоль границы зерен  $AB$  у первичной трещины. Смещение  $y$  вдоль  $AB$  в первом приближении выражается уравнением [41]

$$y = \xi'' [(2G/\pi)^{1/2} K_I f(\theta)]^n t, \quad (2.37)$$

где  $\xi''$  — коэффициент пропорциональности в уравнении для проскальзывания по границам зерен ( $\varepsilon = \xi'' \sigma^n$ ). Это смещение ведет к растрескиванию вдоль границы  $BC$  (при критическом смещении  $y_c$ ). Дальнейшее проскальзывание вдоль  $AB$  усиливает

напряжение в точке  $C$  из-за расклинивающего действия в точке  $B$ ; тем самым облегчается проскальзывание по  $CD$  и растрескивание по  $DE$ . По мере продолжения этого процесса создается обширная зона микротрещин. Расширение первичной трещины, по-видимому, происходит тогда, когда напряжение в точке  $A$  из-за образования микротрещин достаточно усилено для того, чтобы вызвать разделение вдоль  $AB$ .

### Диффузионные процессы

Диффузия точечных дефектов в непосредственной близости от кончика трещины, несомненно, играет важную роль в распространении трещины при определенных условиях. Это хорошо подтверждается исследованиями по залечиванию трещин. В материалах, в которых развивается сравнительно быстрая диффузия при повышенных температурах, у кончиков трещин происходит спекание, приводящее к залечиванию трещин. Этот процесс

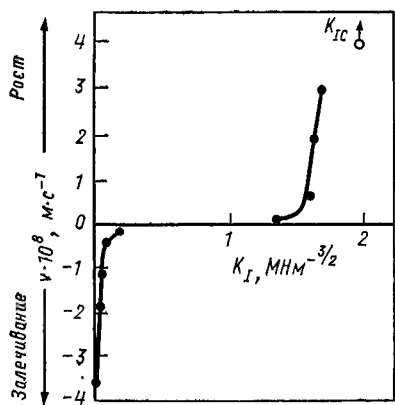


Рис. 98. Скорости залечивания трещин в керамике из поликристаллического оксида алюминия («Лукалокс») при  $1400^{\circ}\text{C}$

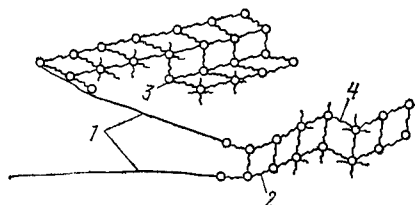


Рис. 99. Схематическое изображение излома фронта трещины и выступа поверхности ности:  
1 — поверхность трещины; 2 — фронт трещины; 3 — выступ поверхности; 4 — излом по фронту трещины

наблюдается в отсутствие приложенного напряжения ( $K_I = 0$ ) в кристаллах  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [63],  $\text{UO}_2$  [64] и др. Однако при  $K_I > 0$  скорость залечивания трещин очень быстро уменьшается [41] (рис. 98). Это означает, что процесс диффузии точечных дефектов (или испарения-конденсации) вблизи кончика трещины сильно зависит от напряжения, причем и в том смысле, что скорость диффузии вакансий вдали от кончика трещины снижается. Логическое продолжение этого наблюдения состоит в том, что распространение трещины может происходить при более высоких значениях  $K_I$ , т. е. диффузия способствует медленному росту трещины. До настоящего времени не было произведено четких определений в поддержку правильности данного утверждения для керамических систем. Однако были предприняты значительные теоретические разработки, относящиеся к процессу распространения трещины.

Прежде чем перейти к рассмотрению кинетики, необходимо установить существование движущей силы процесса распространения трещины. Движущая сила  $\Delta H$  была определена несколькими способами [65—67]. Согласно методу, который дает наилучшее физическое толкование процесса (но не содержит деталей, присущих другим методам [65, 67]), рассматриваются относительные силы связи, действующие на атом, находящийся на изломе трещины и на выступе поверхности (рис. 99) в материале, в котором не развивается пластичность у кончика трещины [66].

Рассмотрим сперва отрыв атома от кончика трещины. Потребная энергия (при испытании на установке с неподвижными захватами) составляет

$$\Delta H_{tip} = 4U_b - 2U_\sigma - (1 - \kappa_f) \Delta U_s, \quad (2.38)$$

где  $U_b$  — энергия связи (для нерастянутой связи);  $U_\sigma$  — энергия в растянутых связях (двух из них) у кончика трещины;  $\Delta U_s$  — изменение энергии деформации, которое сопровождает приращение длины трещины при отрыве атома. Величина  $\kappa_f$  есть та доля высвобождающейся энергии, которая остается в двух атомах у кончика трещины, когда распространение трещины происходит из-за разрыва связи ( $0 \leq \kappa_f < 1$ ). Рассмотрим затем присоединение атома к выступу на поверхности трещины; увеличение энергии составляет [66]

$$\Delta H_{ledge} = 3U_b. \quad (2.39)$$

Вычитая из уравнения (2.39) уравнение (2.38), получаем выражение для движущей силы

$$\Delta H = \Delta H_{ledge} - \Delta H_{tip} = 2U_\sigma + (1 - \kappa_f) \Delta U_s - U_b. \quad (2.40)$$

Принимая  $\Delta H = 0$ , получаем условие — минимум для роста трещины путем переноса вещества:

$$U_b = 2U_\sigma + (1 - \kappa_f) \Delta U_s. \quad (2.41)$$

Принимая, что при разрыве связи соотношение сила — смещение подчиняется синусоидальному закону [56], имеем

$$U_\sigma = (2\sigma^2/E) (a/r^*) \alpha_0^3 \quad (2.42)$$

(в рассмотренном примере  $r^* \approx 2\alpha_0$ ), а для растянутого тела, содержащего небольшую центральную сквозную трещину [см. уравнение (1.52)]:

$$\Delta U_s = \pi \sigma^2 \alpha_0 / E. \quad (2.43)$$

Подставляя  $U_\sigma$  и  $\Delta U_s$  в уравнение (2.41) и принимая, что  $U_b = 2\Gamma_0 \alpha_0^2$ , получаем условие распространения трещины путем переноса вещества [68]:

$$\sigma^2 = 2E\Gamma_0/\pi a [1 - \kappa_f + (4\alpha_0/\pi r^*)]. \quad (2.44)$$

Сравнивая это условие с условием роста трещины в результате разрыва связей, определяем, может ли существовать режим

облегчаемого вакансиями медленного роста трещин. Вновь допуская наличие синусоидальной кривой сила — смещение для разрыва связи, находим напряжение при разрыве связи (см. часть 1):

$$\sigma^2 = (E\Gamma_0/2a) (r^*/\alpha_0). \quad (2.45)$$

Разделив уравнение (2.45) на уравнение (2.44), получаем диапазон напряжений для медленного роста трещины путем переноса вещества  $\xi_\sigma$ :

$$\xi_\sigma = 1 + (\pi/4) (r^*/\alpha_0) (1 - \kappa_f). \quad (2.46)$$

Этот результат позволяет предположить, что движущая сила для облегчаемого вакансиями медленного роста трещины может существовать еще до возникновения условия разрыва связи. Данный расчет всего лишь приблизительный, и использование действительного закона сил, конечно, существенно повлияет на результат. Предполагают, что режим облегченного вакансиями медленного роста трещин в некоторых материалах будет проявляться.

Для того чтобы оценить важность процесса распространения трещин, нужно теперь рассмотреть кинетические аспекты проблемы. Здесь возникают значительные сложности [65, 66], поэтому в данной работе не рассматриваются кинетические детали. Следует, однако, отметить, что существуют три возможных механизма переноса [65]: испарение — конденсация, поверхностная диффузия и объемная диффузия. Наименее сложен механизм испарение — конденсация, где регулирующей скоростью стадией является удаление атомов с кончика трещины. Энтальпия активации для процесса (если отрываемый атом представляет активированное состояние) выражается величиной  $\Delta H_{tip}$ . Следовательно, допуская, что скорость процесса подчиняется уравнению Аррениуса<sup>1</sup>, при синусоидальном законе силы получаем выражение для скорости трещины

$$v = \alpha^{**} \exp \left( -\frac{4\Gamma_0\alpha_0^2}{kT} \right) \exp \left\{ \frac{2\alpha_0 K_I^2}{kTE} \left[ \frac{1}{\pi} \left( \frac{\alpha_0}{r^*} \right) + \left( \frac{1-\kappa_f}{2} \right) \right] \right\}, \quad (2.47)$$

где  $\alpha^{**}$  — коэффициент, который зависит от энтропии процесса и частоты колебания. Для керамики из оксида алюминия при 1000°С, например, этот результат предопределяет следующее приближенное соотношение:

$$\log v \approx 2K_I^2 - (20\Gamma_0 + \log \alpha^{**}), \quad (2.48)$$

тогда как по данным рис. 96 получается

$$\log v \approx 7K_I^2 - 3,2. \quad (2.49)$$

Из этого примерного совпадения зависимостей скорости роста трещин от  $K_I$  следует, что рост трещины путем переноса вещества

<sup>1</sup>  $V = \alpha^{**} \exp[-(\Delta H)/kT]$ , где  $\Delta H$  эквивалентно  $\Delta H_{tip}$  [уравнение (2.38)].

может быть процессом медленного роста трещины в керамике из оксида алюминия (а возможно, и в других керамических материалах) при повышенных температурах. Следует помнить, что и другие механизмы, например облегчаемый дислокациями медленный рост трещин, показывают аналогичную полуколичественную согласованность с этими весьма ограниченными данными, и пока не предпринимались попытки однозначно идентифицировать механизм.

### *Термически активируемый разрыв связи*

Представление о процессе медленного роста трещины, которое сочетает некоторые традиционные понятия о термически активированном разрушении с более современными понятиями механики разрушения, может быть выведено при рассмотрении дискретных атомных структур, существующих у кончика трещины (рис. 100). Расчеты, проведенные с использованием сил связи между атомами кристаллической решетки, показывают, что существует такой режим  $K_I$  ( $K_R < K_I < K_{Ic}$ ), при котором трещина

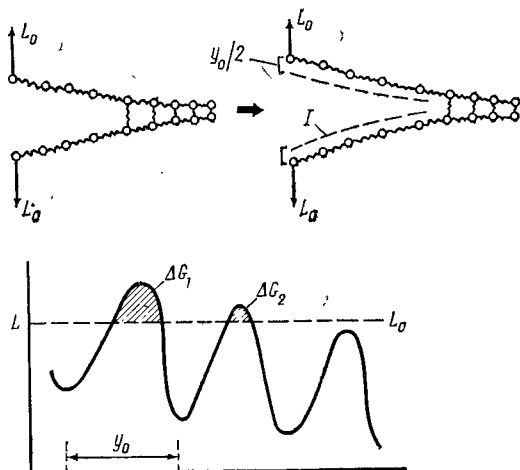


Рис. 100. Схематическое изображение атомной структуры у кончика трещины, устанавливающей необходимые условия для термически активированного процесса разрыва связи ( $I$  — исходное положение поверхности трещины)

не может ни расширяться, ни отступать назад, и этот режим был обозначен «захват кристаллической решеткой» [70].

Последствием «захвата кристаллической решеткой» является то, что захваченная трещина способна двигаться вперед с помощью термической активации. Этот процесс схематически изображен на рис. 100. Препятствием движению трещины, очевидно, служит сила сопротивления разрыву связи. Когда  $K_I$  превысит  $K_R$  (и поэтому уже не будет уменьшаться), это препятствие, очевидно, может быть преодолено с помощью термических флуктуаций, если эти флуктуации связаны с достаточной энергией.

Движущая сила для продвижения трещины вперед, очевидно, проявляется, как только была превышена «термодинамическая»

сила расширения трещины; это указывает на то, что потенциал медленного роста трещины существует в «энергетическом» диапазоне  $\Gamma_0 < \Gamma < \Gamma_i$ . Важность процесса опять-таки определяется кинетикой, а следовательно, высотой активационного барьера. Детали здесь сложны, и можно постулировать несколько вероятных активационных процессов. Например, активацию можно рассматривать с помощью теории скоростей реакции (как в случае медленного роста трещины, ускоряемого влажностью), полагая, что с ней связан не столько молекулярный, сколько электронный процесс [71]. Это приводит к уравнению скорости роста трещины, сходному с уравнением (2.28), именно

$$v = \alpha_0^{**} \exp(-U_b/kT) \exp(B^*K_I/kT). \quad (2.50)$$

Аналитическое описание этого процесса слишком элементарно, чтобы допустить эффективное сравнение с данными по медленному росту трещины. Тем не менее, было высказано предположение, что этот процесс объясняет медленный рост трещин в вакууме (поведение в области III), установленный в кристаллах сапфира [59] и некоторых стеклах [71]. Однако существует еще и другая возможность — медленный рост трещин за счет переноса вещества; в действительности названный процесс так сильно напоминает своей математической формулировкой термически активированный разрыв связи, что практически эти два процесса неразличимы.

### 2.2.3. ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧНОСТИ НАПРЯЖЕНИЯ

Как уже указывалось, скорость медленного роста трещины в условиях циклического нагружения может быть определена по статической диаграмме  $K-v$ , если не существует дополнительного влияния цикличности на скорость медленного роста трещины. До настоящего времени в керамических системах было проведено слишком мало удовлетворительных экспериментов с циклическими нагрузками для того, чтобы можно было убедиться, сказываются ли дополнительные эффекты цикличности на распространение трещины. Непосредственное сравнение скорости роста трещины при циклическом и статическом нагружении было осуществлено только в двух сериях экспериментов [16, 41]. Они проводились при относительно низких частотах ( $< 20$  Гц) с циклическим растяжением (т. е. цикл никогда не переходил в режим сжатия) на образцах из стекла и фарфора в воде при комнатной температуре, а из нитрида кремния — на воздухе при  $1400^\circ \text{C}$ . В этих условиях не было обнаружено значительного повышения (или уменьшения) скоростей роста трещины.

Имеются, однако, указания на то, что в определенных условиях циклические эффекты могут существовать. Крон и Хассельман [72] на основании измерений времени до разрушения предполагают, что при повышенных частотах (примерно  $> 40$  Гц) в керамике на основе оксида алюминия может проявляться уси-

ленный циклический эффект, хотя разброс данных затрудняет сравнение и делает его неопределенным. В работе [73] сообщалось о циклическом эффекте в керамике из оксида алюминия при низких частотах ( $\leq 1$  Гц) в очень сухой окружающей среде, причем эффект снижается по мере повышения температуры. Автор работы [74] показал, что циклическость с низкой амплитудой напряжения может привести к затуплению трещины и, следовательно, к уменьшению скорости роста трещины.

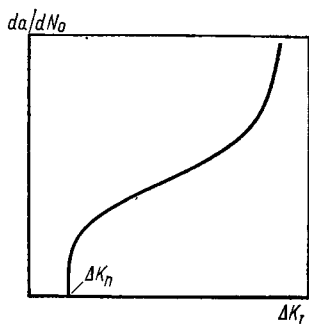


Рис. 101. Зависимость роста усталостной трещины в пластичном материале от амплитуды коэффициента интенсивности напряжения  $\Delta K_I$  и роста трещины за один цикл  $da/dN$  ( $\Delta K_{II}$  — пороговый коэффициент интенсивности)

Все эти потенциальные циклические эффекты нуждаются в дальнейшем исследовании путем непосредственных измерений скоростей роста трещины, что позволяет провести точное сопоставление. Несмотря на то что работа в этом направлении уже ведется, в настоящее время, к сожалению, слишком рано описывать здесь основные тенденции поведения материала.

В заключение для того, чтобы дать представление о возможных эффектах, обратимся к работе, которая проводилась с металлическими системами в условиях циклического нагружения. Например, в очень пластичных материалах рост трещины за один цикл  $da/dN_0$  зависит исключительно от амплитуды

коэффициента интенсивности напряжения  $\Delta K$  (рис. 101) [75], причем центральному участку кривой роста трещины применимо следующее соотношение:

$$da/dN_0 \sim \Delta K^2. \quad (2.51)$$

У менее пластичных материалов зависимость более сложная [76], а  $da/dN_0$  зависит как от  $\Delta K$  (в виде  $\Delta K^n$  при  $n > 2$ ), средней величины коэффициента интенсивности напряжения  $K_{av}$ , так и частоты и формы цикла. В присутствии коррозионных сред совместное влияние циклическости и коррозионных сред может быть синергическим — происходит явление коррозионной усталости [77].

## 2.3. СТАТИСТИЧЕСКИЕ КОЛЕБАНИЯ ПРОЧНОСТИ

Одной из наиболее трудных задач при оценке материала является статистический анализ данных о прочности, необходимый для расчета вероятностей разрушения керамических компонентов. Задача по существу состоит из трех частей: а) получение надежных данных по прочности; б) разработка статистической модели для описания разрушения; в) испытание пригодности статистической модели путем сравнения прогнозируемого влияния на



прочность, размера, напряженного состояния и других параметров с экспериментальными данными. Удовлетворительной и полной оценки требуемого вида все еще не было представлено, но были установлены некоторые важные принципы, которые здесь кратко изложены.

Оптимистически настроенный наблюдатель при знакомстве со статистическим описанием поведения материала надеется, что соответствующий статистический анализ позволит надежно определять функции распределения прочности по относительно небольшому числу испытаний на прочность, а затем использовать эту функцию для того, чтобы прогнозировать влияние размера, напряженного состояния и т. п. на вероятность разрушения при различных уровнях напряжения. Как будет показано ниже, это почти наверняка напрасная надежда, так как, самое меньшее, для этого потребуются постоянная функция распределения, не зависящая от времени и места изготовления компонента и т. д. Тем не менее, статистика неизбежно будет находить широкое применение, а расчет статистических эффектов — представлять важную часть программы оценки материалов.

### 2.3.1. СТАТИСТИЧЕСКИЕ ФУНКЦИИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЛЯ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ЗНАЧЕНИЙ

Когда мы измеряем прочность хрупкого материала при разрушении, мы по существу вынуждаем один или несколько из наиболее крупных дефектов в материале распространяться. Статистика прочности при разрушении, таким образом, связана с экстремальной областью больших размеров в совокупности дефектов. Следовательно, можно ожидать, что некоторая функция распределения экстремальных значений должна быть применима и к статистике прочности [78]. Имеются три асимптотических распределения экстремальных значений: два для неограниченных совокупностей и одно для распределения с ограниченным экстремальным значением. Экстремальные распределения у неограниченных совокупностей зависят от скорости уменьшения исходной совокупности в направлении асимптоты (рис. 102). Когда уменьшение происходит, по меньшей мере, с той же скоростью, что и у экспоненциальной функции, функции распределения для экстремальных значений  $F(x)$  (рис. 102) соответственно для наибольших и наименьших значений задаются уравнениями [78]

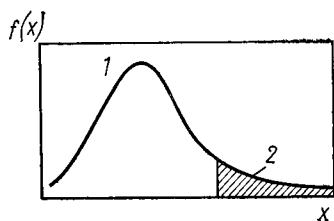


Рис. 102. Типичная совокупность размеров дефектов с выделением экстремальной области больших значений:  
1 — исходная совокупность; 2 — экстремальная область больших значений

$$\left. \begin{aligned} F(x) &= \exp \{ - \exp [ - q(x - q^*) ] \}; \\ F(x) &= 1 - \exp \{ - \exp [ - q(x - q^*) ] \} \end{aligned} \right\} \quad (2.52)$$

где  $q$  и  $q^*$  — экстремальные параметры. При менее быстро изменяющихся исходных распределениях (распределения типа Коши) функция распределения для экстремальной области больших значений представляет собой [78]

$$F(x) = \exp[-(q^*/x)^2]. \quad (2.53)$$

Наконец, для ограниченной совокупности существует только одно экстремальное распределение, и для экстремальной области больших значений оно выражается в виде [78]

$$F(x) = \exp\{-[(q' - x)/(q' - q^*)]\}, \quad (2.54)$$

где  $q'$  — верхний предел.

Очевидно, что любой теоретический анализ статистических эффектов разрушения должен исходить из того, что, когда дефекты принадлежат к единой совокупности, распределение размеров дефектов в верхней экстремальной области должно проявляться в одной из этих форм (если существует асимптота).

### 2.3.2. СТАТИСТИЧЕСКОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ

С первых же попыток к статистическому описанию прочности при разрушении подходили различными способами. Для изотропных хрупких материалов, разрушение которых обычно происходит от ранее существовавших дефектов с минимальным напряжением распространения дефекта, эти способы по существу можно подразделить на три категории. Ниже будет рассмотрен каждый метод с тем, чтобы выявить содержащиеся в нем допущения и определить, до какой степени можно с достаточным основанием использовать функции распределения для прогнозирования прочности.

#### *Метод Вейбулла*

Первый подход к статистике хрупкого разрушения был предложен Вейбуллом [79]. Он считал, что тело объемом  $V$  содержит статистическое распределение невзаимодействующих неоднородностей. Появление в этом объеме единственной критической неоднородности приводит к разрушению.

Вероятность не появления критической неоднородности в объеме  $V$ , выражаемая  $P'(V)$ , и вероятность ее не появления в объеме  $V'$ , выражаемая  $P'(V')$ , для невзаимодействующих неоднородностей связаны соотношением [80]

$$P'(V + V') = P'(V) P'(V'). \quad (2.55)$$

Логарифмируя и дифференцируя это выражение по  $V$  при постоянном  $V'$ , имеем

$$\frac{d}{dV} \ln P'(V + V') = \frac{d}{dV} \ln P'(V). \quad (2.56)$$

Поскольку это равенство можно применить ко всем  $V'$ , имеем

$$\frac{d}{dV} \ln P'(V) = \xi_p, \quad (2.57)$$

где  $\xi_p$  — константа. Интегрируя уравнения (2.57) и накладывая граничные условия:  $P'(0) = 1$  и  $P'(\infty) = 0$ , получаем

$$P'(V) = \exp(-\xi_p V) \text{ или } P(V) = 1 - \exp(-\xi_p V), \quad (2.58)$$

где  $P(V)$  — вероятность появления критической неоднородности в объеме  $V$ , причем совершенно ясно, что  $P(V)$  возрастает с увеличением  $V$ . Так как появление критической неоднородности приводит к разрушению, то можно приравнять  $P(V)$  к вероятности разрушения  $P(S)$ . Таков общий результат, полученный для не взаимодействующих неоднородностей пока что без принятия каких-либо допущений.

Для распространения этого результата на расчет соотношения между разрушающим напряжением и вероятностью разрушения Вейбулл [79] допустил, что параметр  $\xi_p$  (который был назван «риск разрушения») является функцией пространственного распределения напряжения в теле  $\sigma$  и прочности слабейшего элемента  $S_u$ , так что [79]

$$\xi_p(\sigma) = \int_V g(\sigma) (dV/V_0), \quad (2.59)$$

где  $g(\sigma) = [(\sigma - S_u)/S']^m$ , а  $m$ ,  $S'$  и  $S_u$  рассматриваются как константы материала при постоянной совокупности дефектов.

Подставляя  $\xi_p$  в уравнение (2.58), имеем

$$P(S) = 1 - \exp \left\{ - \int_V [(\sigma - S_u)/S']^m dV/V_0 \right\}. \quad (2.60)$$

При однородном поле растягивающих напряжений уровень напряжений при разрушении однозначно определяет разрушающее напряжение  $S$ , а уравнение (2.60) приобретает вид

$$P(S) = 1 - \exp \left\{ - (V/V_0) [(S - S_u)/S']^m \right\}. \quad (2.61)$$

Сходство этого выражения с асимптотическим распределением экстремальных значений для ограниченной совокупности — кажущееся. Это сходство, разумеется, не служит теоретическим подтверждением в пользу вейбуллова допущения о «риске разрушения», но, по крайней мере, показывает, что функция выражается в приемлемой форме.

Если этот метод используют для прогнозирования статистической характеристики разрушающего напряжения, то следует помнить, что «риск разрушения» есть величина, принятая по допущению, которое требует эмпирического подтверждения для каждой совокупности неоднородностей.

Более глубокий анализ статистики разрушения исходит из предпосылки, что тело содержит распределение трещин, каждая из которых характеризуется своим напряжением расширения дефекта или прочностью  $S$ . Было использовано несколько методов для того, чтобы получить функцию распределения прочности из распределения величины  $S$  [81—83]. В целях иллюстрации мы рассмотрим только один из этих методов — метод Аргона и Мак-Клинтока [81].

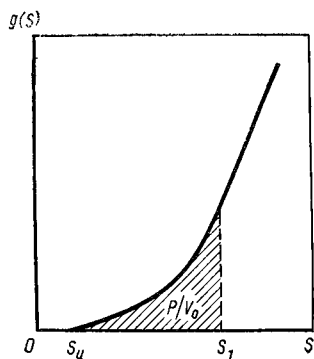


Рис. 103. Типичная функция распределения поэлементной прочности, показывающая вероятность ( $P$ ) того, что прочность будет ниже  $S_1$ . Нижний предел прочности указан с целью обеспечения применимости функции

Начнем с допущения о том, что трещины хаотично расположены в пространстве, так что функция распределения для величины  $S$  может быть выражена исходя из плотности трещин, т. е. числа трещин в единице объема<sup>1</sup>. Если функция распределения —  $g(S)$ , — то вероятность  $P$  того, что прочность небольшого объемного элемента  $V_0$  будет меньше  $S_1$ , — когда размер элемента того же порядка, что и размер дефекта (так что по существу каждый дефект воздействует на вероятность), — составит (рис. 103)

$$P = V_0 \int_0^{S_1} g(S) dS. \quad (2.62)$$

Вероятность того, что прочность будет больше  $S_1$ , равна

$$(1 - P) = 1 - V_0 \int_0^{S_1} g(S) dS. \quad (2.63)$$

Для большего объема материала  $V$  при однородном растяжении эквивалентная вероятность (т. е. того, что прочность выше  $S_1$ ) вытекает непосредственно из правила умножения вероятностей, если элементы  $V_0$  независимы один от другого при распространении трещины [81], т. е.

$$(1 - P) = (1 - P)^{V/V_0} = \left[ 1 - V_0 \int_0^{S_1} g(S) dS \right]^{V/V_0}. \quad (2.64)$$

<sup>1</sup> Можно обсудить и более сложную пространственную конфигурацию, скажем, у текстурированного материала, но этот особый случай здесь не рассматривается.

При  $V/V_0 \rightarrow \infty$  (т. е. большом числе элементов) можно принять тождество<sup>1</sup>

$$[1 - (x/j)]_{j \rightarrow \infty}^j \equiv e^x, \quad (2.65)$$

чтобы показать, что

$$P = 1 - \exp \left[ -V \int_0^{S_1} g(S) dS \right]. \quad (2.66)$$

Это выражение в точности совпадает с результатом, полученным в разделе 2.3.1 для предельных значений.

Разумеется, дальнейшее развитие этого метода требует, чтобы было введено некоторое функциональное соотношение для  $g(S)$ . Примем на данной стадии рассуждения, что распределение прочности может иметь нижнюю границу  $S_u$  (рис. 103), так что, вообще говоря, мы ищем приемлемую функцию для  $g(S - S_u)$  в пределе при  $S \rightarrow S_u$  (помня, что разрушение всегда происходит в элементах, относящихся к предельной области низких значений распределения прочности). Используя разложение в ряд, функцию  $g(S - S_u)$  можно выразить в виде

$$S^{\text{lim}} \rightarrow S_u g(S - S_u) = B' (S - S_u)^{m'} + \dots, \quad (2.67)$$

где  $B'$  — числовой коэффициент, а  $m'$  — константа. В области предельно низких значений, по-видимому, можно с известным приближением использовать только первый член разложения<sup>2</sup>. Затем, заменяя  $B$  на  $1/(S^*)^{m'} V_0$ , можно выразить вероятность того, что элемент объемом  $V$  имеет прочность меньше  $S_1$ , как

$$P = 1 - \exp \left\{ - (V/V_0) \int_{S_u}^{S_1} [(S - S_u)/S^*]^{m'} dS \right\}. \quad (2.68)$$

Некоторое эмпирическое подтверждение такой функциональной формы  $g(S)$  было получено (на стекле) Аргоном [84]. Интегрирование уравнения (2.68) дает

$$\begin{aligned} P(S_1) &= 1 - \exp \left[ - \frac{V}{(S^*)^{m'} (m' + 1)} (S_1 - S_u)^{m'+1} \right] = \\ &= 1 - \exp \left[ - V \left( \frac{S_1 - S_u}{S'} \right)^m \right], \end{aligned} \quad (2.69)$$

где  $m \equiv m' + 1$ , а  $(S')^m \equiv (S^*)^{m'} (m' + 1)$ . Такова корректная форма асимптотического распределения в области предельных значений ограниченной совокупности [сравните с уравнением (2.54)], которая содержит необходимые параметры, т. е. прочность и объем. Данный результат идентичен результату, полученному Вейбуллом для однородного поля растягивающих напряжений, что

<sup>1</sup> Следует отметить, что для некоторых материалов это условие носит слишком ограничительный характер.

<sup>2</sup> Это условие является вторым ограничением.

до некоторой степени оправдывает вейбулловское понятие риска разрушения применительно к распределению хаотично расположенных не взаимодействующих дефектов при однородном растяжении. Отметим, однако, что для получения этого результата были использованы два математических допущения [уравнения (2.65) и (2.67)], а они могут оказаться чрезмерно ограничивающими на практике: например, возможно, что  $m$ ,  $S_u$  и т. д. нельзя рассматривать как не зависящие от объема [85] константы.

Распространение этого анализа на неоднородные поля напряжений может быть достигнуто путем введения на ранней стадии анализа пространственной зависимости напряжения, заменяющей простое умножение, использованное для получения уравнения (2.64), формулой сложения, которая допускает существование в каждом элементе различного уровня напряжения [86].

В заключение следует отметить, что не обязательно вводить предполагаемую форму для  $g(S)$ , которая затем используется для описания экспериментальных данных. Лучший метод состоит в том, чтобы использовать эти данные для того, чтобы получить  $g(S)$  [86]. Затем выведенное выражение для  $g(S)$  можно непосредственно использовать для прогнозирования влияния размера и т. п. Единственными допущениями, которые сохраняются при прогнозировании влияния размера, являются постоянство совокупности дефектов в образцах с различной конфигурацией и любые математические допущения, используемые для получения конечного результата.

### *Теории размеров дефектов*

Наиболее фундаментальные теории основываются на статистике размеров и расположения дефектов. Этот метод позволяет связать статистику прочности и механику разрушения и, следовательно, извлечь все выгоды из обильной информации по механике разрушения, доступной в настоящее время. Эти теории находятся в ранней стадии развития и требуют дальнейшей разработки, однако уже проявляются некоторые интересные особенности. Анализ, который наиболее подробно разработан на данной стадии, рассматривает неограниченную совокупность дефектов.

Вероятность того, что дефекты в небольшом объеме (снова того же порядка, что и размер дефекта) крупнее, чем  $a_1$ , составляет (рис. 104)

$$P = V_0 \int_{a_1}^{\infty} g(a) da, \quad (2.70)$$

а вероятность того, что дефекты в большем объеме  $V$  крупнее, чем  $a_1$ , для однородного растяжения составляет

$$P = 1 - \exp \left[ -V \int_{a_1}^{\infty} g(a) da \right] \quad (2.71)$$

[сравните с уравнением (2.66) 1. Если вначале мы рассмотрим распределение Коши для предельных величин  $a$ , то [78, 80]

$$\lim_{a \rightarrow \infty} g(a) = (q^*/a)^z, \quad (2.72)$$

Подставляя  $g(a)$  в уравнение (2.71) и интегрируя, получаем

$$P = 1 - \exp[-(V/V_0)(a'/a_1)^{z-1}], \quad (2.73)$$

где  $(a')^{z-1}/V_0 \equiv (q^*)^z/(z-1)$ .

От распределения размеров дефектов теперь можно перейти к вероятности разрушения, используя соотношение механики разрушения  $K_I = \sigma Y \sqrt{a}$ . Таким образом, вероятность того, что коэффициент интенсивности напряжения меньше  $K_I$  при действии однородного растягивающего напряжения  $\sigma$ , составляет

$$P = 1 - \exp \times \\ \times [-(V/V_0)(a'\sigma^2 Y^2/K_I^2)^{z-1}]. \quad (2.74)$$

Так как разрушение происходит при  $K_{Ic}$ , вероятность того, что разрушение случится при напряжении, меньшем  $\sigma_1$ , получена просто приравниванием  $K_I = K_{Ic}$ , что дает

$$P(\sigma) = 1 - \exp \times \\ \times [-(V/V_0)(V'a'\sigma_1 Y/K_{Ic})^{2z-2}]. \quad (2.75)$$

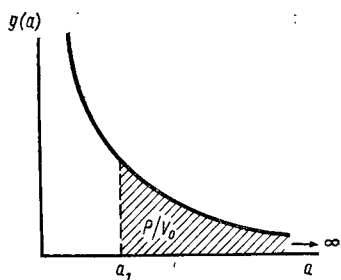


Рис. 104. Типичная функция распределения размеров дефектов, указывающая вероятность ( $P$ ) того, что дефекты будут меньше  $a$

Этот результат сходен с результатом, полученным для неограниченного распределения Вейбулла<sup>1</sup> при  $2z - 2 \equiv m$ . Отсюда мы заключаем, что результат, полученный для неограниченного распределения Вейбулла, представляет собой достаточно хорошо обоснованное соотношение для вероятности разрушения подвергнутого однородному растягивающему напряжению тела, содержащего очень большое число хаотично расположенных в пространстве дефектов с распределением Коши для предельной области размеров дефектов.

Более интересные свойства вероятности разрушения легко могут быть выведены из уравнения (2.73) в сочетании с некоторыми хорошо известными результатами, полученными в механике разрушения. Например, если дефекты хаотично распределены в объеме тела, однородное растягивающее напряжение  $\sigma$  приводит к тому, что коэффициент интенсивности напряжения поверхностных дефектов больше, чем внутренних (примерно в  $\sqrt{2}$  раз). Поэтому, если мы разделим тело на поверхностные элементы с пло-

<sup>1</sup> Отметим, что  $K_{Ic}$  входит в вероятностное соотношение, так что для общего решения требуется также информация о статистическом распределении  $K_{Ic}$ .

щадью  $A_e$  и глубиной  $\Delta d$  и объемные элементы с объемом  $V$ , то уравнение (2.73) приобретает вид

$$P = 1 - \exp \left[ -\frac{A_e \Delta d}{V_0} \left( \frac{a'}{a_1} \right)^{z-1} \right] \exp \left[ -\frac{(V - A_e \Delta d)}{V_0} \left( \frac{a'}{a_1} \right)^{z-1} \right] \quad (2.76)$$

и, следовательно, вероятность того, что коэффициент интенсивности напряжения меньше  $K_I$ , становится

$$P = 1 - \exp \left[ -\frac{A_e \Delta d}{V_0} \left( \frac{a' \pi \sigma^2}{K_I^2} \right)^{z-1} \right] \times \\ \times \exp \left[ -\left( \frac{V - A_e \Delta d}{V_0} \right) \left( \frac{a' \pi \sigma^2}{2K_I^2} \right)^{z-1} \right]. \quad (2.77)$$

Таким образом, вероятность разрушения, полученная при  $K_I = K_{Ic}$ , составляет

$$P = 1 - \exp \left\{ -\left( \frac{\sigma}{\sigma^*} \right)^{2z-2} \left[ \frac{1}{2^{z-1}} \left( \frac{V}{V_0} \right) - \left( 1 - \frac{1}{2^{z-1}} \right) \frac{A_e \Delta d}{V_0} \right] \right\}, \quad (2.78)$$

где  $\sigma^* = K_I / \sqrt{\pi a'}$ . Значение разрушения, начинающегося с поверхности, по сравнению с внутренним разрушением зависит, таким образом, от параметра распределения размеров дефектов  $z$  (или  $m$ ) и глубины поверхностных элементов  $\Delta d$ . Если мы подставим типичное для керамических материалов значение  $m = 6$  и рассмотрим цилиндрический образец (радиусом  $r_{cy}$ ), находящийся под растяжением, то

$$P = 1 - \exp \left\{ -\left( \frac{\sigma}{\sigma^*} \right)^m \frac{\pi r_{cy}^2}{V_0} \left[ \frac{1}{8} - \frac{7}{4} \left( \frac{\Delta d}{r_{cy}} \right) \right] \right\}. \quad (2.79)$$

Отсюда следует, что поверхностные трещины значительно увеличивают вероятность разрушения при величине  $\Delta d$  больше примерно  $1/50 r_{cy}$ , а влияние поверхностного разрушения становится более значительным при возрастании  $m$ . В пределах указанного диапазона во многих экспериментах с растяжением, вероятно, встречаются поверхностные трещины, и следует правильно учитывать их влияние при рассмотрении влияния размера на разрушающее напряжение; например, в условиях однородного растяжения относительное разрушающее напряжение двух цилиндров с радиусами  $r_1$  и  $r_2$  составляет

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left\{ \left( \frac{r_2}{r_1} \right)^2 \left[ \frac{1/8 - 7/4 (\Delta d/r_1)}{1/8 - 7/4 (\Delta d/r_2)} \right] \right\}^{1/m}. \quad (2.80)$$

Прежде чем перейти к дальнейшему изложению, следует напомнить, что данные результаты были получены при распределении Коши для предельной области значений размеров дефектов. Нет оснований априорно ожидать, что это распределение применимо; более соответствующим может оказаться неограниченное экспоненциальное или ограниченное распределение. Названные



функции приводят соответственно к следующим выражениям для вероятности:

$$P = 1 - \exp \{ - (V/V_0) \exp (a_1 - q^*) \}, \quad (2.81)$$

$$P = 1 - \exp \{ - (V/V_0) [(a_u - a_1)/(a_u - a')]^{z-1} \}, \quad (2.82)$$

где  $a_u$  — верхний предел размера дефекта. Данные соотношения приводят к вероятностям разрушения, которые выглядят несколько иначе, чем функция Вейбулла [87]. Одна кривая Вейбулла поэтому не может подходить ко всем случаям, и необходимо исследовать все три возможности, прежде чем переходить к прогнозированию влияния размера и т. д. (или же функциональная форма  $g(a)$  может быть выведена непосредственно из данных о прочности).

### 2.3.3. РАСЧЕТ СТАТИСТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ

Как описано в предыдущих разделах, для практического применения статистических моделей требуется подбор к данным о прочности различных потенциально возможных функций распределения с тем, чтобы определить отражаемое этими данными распределение размеров дефектов. Как уже отмечалось, статистические модели сравнительно легко могут быть разработаны для тел, подвергнутых однородному растяжению, а следовательно, данные о прочности, полученные при этом способе нагружения, весьма желательны с точки зрения простоты проведения анализа. Имеющиеся методы измерения прочности при растяжении в керамических системах описаны в разделе 2.1.2.

Если проведена серия из  $N$  измерений прочности, то вначале нужно определить кумулятивную функцию распределения (или вероятность разрушения)  $P$ , которая соответствует каждому измерению. В качестве первого шага требуется расположить данные в порядке возрастания прочности, т. е. вначале самую низкую, а в конце самую высокую. Однако прочность, соответствующая, скажем,  $i$ -тому измерению в ранжированной серии, как правило, не будет идентичной прочности, полученной для эквивалентного  $i$ -того измерения в другой серии из  $N$  данных, вычисленных для того же самого материала. Это означает, что при конечном числе измерений  $N$  вероятность, соответствующая  $i$ -тому измерению, не является единственно возможной величиной, даже когда основополагающее соотношение вероятность—прочность остается постоянным. Поэтому должно существовать распределение  $P$ , которое характеризует  $i$ -тое измерение, а ширина этого распределения, как предполагается, есть функция  $N$  (рис. 105). Постулированная функция распределения, которая не зависит от основополагающей функции распределения прочности, выражается как [78]

$$g(P) = \frac{N!}{(N-i)!(i-1)!} P^{i-1} (1-P)^{N-i}. \quad (2.83)$$

Графическое положение  $i$ -того измерения, по-видимому, наиболее правильно выражается средней величиной распределения [78]

$$\bar{P} = i/(N+1). \quad (2.84)$$

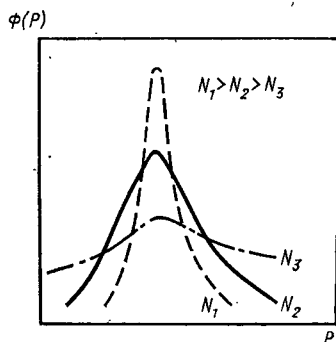


Рис. 105. Типичная функция распределения  $N$  испытаний, показывающая влияние числа испытаний на ширину распределения  $g(P)$

Всегда надо помнить, используя это графическое значение, что оно представляет среднюю величину; следует определить стандартное отклонение для того, чтобы получить достоверность, с которой было установлено основополагающее распределение.

Подстановка значений  $\bar{P}$  из уравнений (2.84) в соответствующие уравнения вероятности позволит теперь оценить основополагающее распределение по данным о прочности. Например, для ограниченного распределения типа Вейбулла [уравнение (2.61)] имеем

$$\ln \ln [(N+1)/(N+1-i)] = m \ln (S - S_u) - m \ln S_0 + \ln V/V_0. \quad (2.85)$$

Решающим испытанием непротиворечивости функции распределения, полученной из серии данных о прочности, является сравнение предсказанного влияния размера с эмпирическими наблюдениями. Например, ограниченное распределение Вейбулла, обусловленное объемными дефектами, предопределяет следующую зависимость от объема:

$$(S_1 - S_u)^m V_1 = (S_2 - S_u)^m V_2 = (S_3 - S_u)^m V_3. \quad (2.86)$$

Такое сравнение относительно просто выполнимо, если имеются априорные сведения о расположении критических дефектов, например будут ли это поверхностные дефекты (как в стекле) или объемные. Если такая информация неизвестна, местоположение дефектов само становится подбираемой переменной, которую можно найти только путем итерации с использованием уравнений, подобных уравнению (2.80). Для этого процесса требуется иметь данные о прочности образцов с различными конфигурациями (или объемами).

### 2.3.4. ОГРАНИЧЕННОСТЬ СТАТИСТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ

Статистическое описание разрушения, обобщенное выше, представляет собой простейшую форму, которую можно эффективно использовать, если соблюдаются два условия: разрушение происходит непосредственно от ранее существовавших дефектов и параметры распределения независимы от размера (объема) дефектов в заданном диапазоне размеров (объемов) дефектов. Первое условие непосредственно приложимо к нескольким видам конструкционной керамики (см. часть 1), однако не во всех случаях, даже в отсутствие разрушения, вызываемого пластическим течением. Например, некоторые материалы содержат зарождающиеся дефекты, которые образуются при приложении напряжения, а в других материалах разрушению предшествует соединение дефектов (что ведет к тому, что распределения размеров дефектов становятся зависимыми от напряжения).

Маловероятно, что разобранный выше простая по форме статистика будет применима к этим материалам, и лучше пересмотреть всю проблему, исходя из более реалистичной физической основы для проведения анализа. Графит служит хорошим примером материала, содержащего зарождающиеся дефекты, которые к тому же соединяются перед разрушением, и для анализа разрушения этого материала должно быть использовано альтернативное статистическое описание [88]. Кроме того, если катастрофическому разрушению предшествует субкритическое расширение трещин, то распределение размеров дефектов в момент разрушения совершенно отлично от распределения ранее существовавших дефектов, причем опять-таки маловероятно, что простые модели будут применимы к анализу разрушения.

Соотношения между размером ранее существовавших дефектов и размером дефектов при разрушении могут быть, однако, выведены исходя из параметров медленного роста трещин, как описано в разделе 2.2. Поэтому можно использовать механику разрушения в сочетании с распределением размеров дефектов для того, чтобы эффективно описать разрушение при особых условиях окружающей среды и нагрузке в случаях, когда происходит субкритический рост трещин. Наконец, требование постоянства параметров распределения (второе условие) часто может не соблюдаться в заданном диапазоне размеров дефектов. Это случится, если самые крупные дефекты в конструкционном компоненте будут

отличаться по своему происхождению от самых крупных дефектов в образцах меньшего размера, использованных для расчета параметров.

Ясно поэтому, что использует много ситуаций, которые могли бы свести на нет эффективность использования непосредственного статистического анализа. Тем не менее, мы все же полагаем целесообразным дальнейшее проведение статистических анализов разрушения с целью расширить наше представление о преобладающих эффектах, а следовательно, подвести информационную базу для расчета и прогнозирования влияния размера на прочность.

### 2.3.5. ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ПРОЧНОСТИ

Несмотря на относительно примитивное в настоящее время представление о распределении размеров дефектов в хрупких материалах и трудности, связанные с их расчетом, статистические прогнозирования прочности будут, несомненно, производиться. Поэтому важно установить, какого вида эксперименты нужно выполнить для достижения этой цели с минимальной погрешностью.

Очевидно, что наименьшие сомнения вызвал бы такой метод, при котором ряд компонентов был бы испытан в напряженном состоянии, моделирующем условия эксплуатации, с тем чтобы вызвать разрушение этих компонентов и отсюда определить их прочность. Тем самым исключаются сомнения, возникающие при пересчетах и связанные с масштабным фактором и напряженным состоянием, и остаются только задачи подбора аппроксимирующего уравнения и экстраполяции его в область низких вероятностей. Для достижения приемлемой степени достоверности при экстраполяции необходимо производить испытания большого числа компонентов. Такой метод чрезмерно дорог, если контроль качества при изготовлении не усовершенствован настолько, что прочность компонентов в каждой партии имеет идепичное распределение. Тогда необходимо только время от времени проводить эксперименты по контролю распределения.

В качестве альтернативы можно проводить испытания прочности образцов, вырезанных из компонентов (предполагая, что в разрушении компонента и образца участвует одна и та же совокупность дефектов). В таком случае требуется первоначально провести самые обширные испытания образцов с большим диапазоном размеров с тем, чтобы оценить возможность использования функций распределения размеров дефектов для описания влияния размера и напряженного состояния на прочность, подобно тому, как это описано в предыдущих разделах. Если это пройдет успешно, станет возможным испытывать образцы, вырезанные произвольно из компонентов (от каждой новой партии), чтобы определять функцию распределения для этой партии. Попытки такого рода не предпринимались, так что пока нельзя установить потенциальные возможности указанного метода.

Наконец, следует вновь подчеркнуть, что недостаточно получить один только набор данных о прочности образцов какого-либо материала, а затем использовать эти данные для прогнозирования разрушения компонентов из него. Для того чтобы достичь значительного уровня достоверности при прогнозировании разрушения, требуется намного более исчерпывающая характеристика статистической совокупности размеров дефектов.

## 2.4. УДАР ЛЕТАЮЩИМИ ЧАСТИЦАМИ

Керамические материалы очень склонны к разрушению в условиях удара. Отчасти это служит проявлением высоких напряжений, создающихся в керамических материалах при ударе, так как они не обладают достаточной пластичностью (см. часть I) для того, чтобы ослабить ударные напряжения. Единственный приемлемый способ избежать общего ударного повреждения состоит в том, чтобы оптимизировать динамическую прочность керамики, так чтобы ударные напряжения не превосходили эту прочность.

*Динамический коэффициент интенсивности напряжения*

Динамическая прочность хрупкого материала определяется исключительно критической величиной динамического коэффициента интенсивности напряжения  $K_{ID}$  и размером дефекта с помощью уравнения механики разрушения [сравните с уравнением (1.61)]:

$$S_D = K_{ID}/Y\sqrt{a}. \quad (2.87)$$

Таким образом, динамическая прочность при разрушении связана со «статической» прочностью при разрушении соотношением

$$S_D = S(K_{ID}/K_{Ic}). \quad (2.88)$$

Следовательно,  $K_{ID}$  служит важным параметром динамического разрушения хрупкого материала, и его можно рассчитать по испытаниям на удар, проведенным на установке с соответствующими приборами.

Данные о величине  $K_{ID}$  у керамических материалов ограничены. В действительности мы знаем только об одной серии экспериментов, специально посвященных измерениям  $K_{ID}$  на керамических материалах. Эти эксперименты проводились с поликристаллической керамикой на основе оксида алюминия при комнатной температуре [13] и показали (что и неудивительно), что  $K_{ID} \approx K_{Ic}$ . Очевидно, что следует рекомендовать проводить намного больше экспериментов такого рода, в частности при повышенных температурах, где влияние пластичности может привести к значительному расхождению между  $K_{ID}$  и  $K_{Ic}$ .

*Ударная энергия*

При альтернативном методе оценки влияния ударных нагрузок на целостность керамических компонентов измеряют «ударную энергию», т. е. энергию, теряемую маятником, при обычном испытании образцов по Шарпи [89]. Покажем, что этот метод может быть полезен, но только для расчета динамической прочности, а не динамической ударной вязкости при относительно низких скоростях удара<sup>1</sup>.

Полагают, что энергия, теряемая маятником,  $\kappa_e$ , эквивалентна работе, сделанной при разрушении образца, и, следовательно,

<sup>1</sup> При относительно низких скоростях удара, т. е. при продолжительностях контакта, сравнимых со временем прохождения волны напряжений, динамические напряжения могут быть по существу такими же, как и квазистатические напряжения: анализ, проведенный в данной работе, относится к такому условию. При больших скоростях удара динамические напряжения не вполне выражены (однако, они могут значительно превосходить квазистатические напряжения [313]), а сам анализ ударного разрушения в таком случае сильно отличается от того, что здесь обсуждается.

дается площадью под кривой нагрузка — смещение для полностью нестабильного разрушения:

$$\kappa_e = \int_0^{y_{\max}} L dy \equiv L_{\max} y_{\max} / 2. \quad (2.89)$$

Для образцов на трехточечный изгиб (обычно используемых в испытаниях на удар)  $L_{\max}$  может быть связана с напряжением при разрушении по уравнению (2.10), а со смещением при разрушении по соотношению

$$y_{\max} = L_{\max} l^3 / 4Eb w^3. \quad (2.90)$$

Следовательно, потеря энергии на единицу площади поверхности разрушения (при ненадрезанных образцах), полученная приравниванием напряжения к величине  $S_D$ , составляет

$$\kappa_e / 2wd = S_D^2 l / 36E. \quad (2.91)$$

Подставляя  $K_{ID}$  из уравнения (2.87) и принимая для небольших дефектов  $Y = \sqrt{\pi}$ , получаем уравнение

$$\kappa_e / 2wd = K_{ID}^2 l / 36\pi a E \quad (2.92)$$

или, сохраняя переменную  $Y$ , получаем для образцов с искусственно внесенной трещиной

$$\frac{\kappa_e}{2wd} = \frac{K_{ID}^2}{2Y^2 a E} \left[ \int Y^2 a da + \frac{lw}{18} \right] \equiv \beta_e(a) K_{ID}^2. \quad (2.93)$$

Отсюда следует, что потеря энергии на единицу площади поверхности разрушения может быть мерой динамической прочности у ненадрезанных образцов, но она не связана непосредственно с динамической ударной вязкостью разрушения у образцов с искусственно внесенной трещиной (т. е. не является независимой от размера дефекта), как это часто предполагалось. Для того чтобы получить  $K_I$  по величине  $\kappa_e$ , следует использовать зависимость от длины трещины поправочный коэффициент [выведенный из уравнения (2.93)]. Однако данный метод мог бы быть эффективно и просто использован для того, чтобы получить величину  $S_D$  у образцов без искусственных трещин, если только справедливо исходное предположение о том, что вся теряемая энергия переходит в полезную работу по разрушению образца.

Основное положение, касающееся потери энергии, может быть проверено двумя способами. Во-первых,  $\kappa_e$  может быть измерена на одном и том же материале в диапазоне значений  $wd$  и экстраполирована на нулевое значение  $wd$  (рис. 106), так как

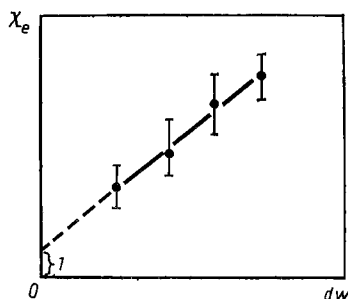


Рис. 106. Зависимость потери энергии  $\kappa_e$  от площади поверхности разрушения. Наклон связан с динамической прочностью  $S_D$ , а отсекаемый отрезок (1) служит мерой дополнительной работы, производимой в системе

по мере приближения  $wd$  к нулю  $\kappa_e$  также должна приближаться к нулю. Во-вторых,  $\kappa_e$  может быть измерена на образцах с искусственно внесенной трещиной при различных отношениях  $a/w$ ; графическая зависимость  $\kappa_e$  от  $\beta_e$  должна быть линейной, а  $\kappa_e$  должна стремиться к нулю при приближении  $a/w$  к единице. Результаты, полученные при испытании образцов  $Al_2O_3$  [90], не дают нулевого пересечения, вполне ясно показывая, что в системе производится деполнительная работа. С керамическими системами подобных экспериментов не производили, но очевидно, что такая информация необходима, если рассматривать метод определения ударной энергии как стандартный подход к расчету ударных параметров.

#### 2.4.2. УДАРНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКА ДЕГРАДАЦИИ ПРОЧНОСТИ

При упругом ударе с малой скоростью создаются два типа напряжений: обычные изгибающие напряжения и локальные напряжения Герца. Оба эти типа обладают весьма различными характеристиками, поэтому для анализа разрушения напряжения и особенности распространения трещины рассматриваются отдельно для каждого из них.

##### *Изгибающие напряжения*

Максимальное усилие, прилагаемое к компоненту ударяющей частицей, если оба они деформируются упруго, определяется импульсом частицы и прогибом компонента. Приближенное значение этого усилия, полученное при допущении, что компонент неподвижен, выражается, согласно [91], как

$$L = 1,14 [(16/9\pi^2) \omega_p^3 v_p^3 r_p / (\chi_1 + \chi_2)]^{1/5}, \quad (2.94)$$

где  $\chi_1$  и  $\chi_2$  — константы, выражающиеся:  $\chi = (1 - \nu^2)/\pi E$ . Местоположение и величина максимального растягивающего напряжения, создающегося вследствие изгиба, вызванного нагрузкой, будут зависеть от местоположения креплений компонента и могут быть рассчитаны с использованием обычных аналитических методов. Максимальный импульс частицы, который компонент может выдержать без катастрофического распространения трещины, можно, таким образом, предсказать, если только известна «динамическая прочность» материала.

Предел распространения трещины  $\Delta a$ , которое происходит вследствие удара, зависит от продолжительности действия напряжения  $t_0$ , а соотношение между  $\Delta a$  и  $t_0$  может быть оценено только для особых профилей напряжения. Для простого случая синусоидального напряжения (рис. 107), когда

$$K_1 \leftarrow \sigma Y \sqrt{a} = \sigma_{\max} Y \sin(\pi t/t_0) \sqrt{a}, \quad (2.95)$$

мы оценим максимальную продолжительность воздействия, необходимую для того, чтобы вызвать заданное приращение длины трещины. Эта продолжительность рассчитывается с помощью предположения, что распространение трещины начинается при пиковом напряжении  $\sigma_{\max}$ , когда  $K_I = K_{ID}$ . Тогда для небольшой ранее существовавшей трещины длиной  $a_0$  уравнение (2.95) приобретает вид

$$K_I = (K_{ID} Y / \sqrt{\pi}) (a/a_0)^{1/2} \sin(\pi t/t_0). \quad (2.96)$$

Предположим, что во время удара  $K_I$  может быть непосредственно связан со скоростью распространения трещины<sup>1</sup>, тогда приближенное функциональное соотношение между этими величинами выражается [92]:

$$da/dt = v \approx v_m [1 - (K_{ID}/K_I)^2]. \quad (2.97)$$

Подстановка  $K_I$  из уравнения (2.96) в уравнение (2.97) дает дифференциальное уравнение, связывающее время и длину трещины. Это уравнение можно аналитически интегрировать при малых или больших соотношениях  $a/a_0$ . Если мы далее допустим, что остановка трещины происходит при  $K_I \approx K_{Ic}$  (см. часть 1) и что  $K_{ID} \approx K_{Ic}$  (см. раздел 2.4.1), то получим для малых отношений  $a/a_0$

$$a_0 = a \sin^2\left(\frac{\pi}{t_0}\right) \left[ \frac{(a - a_0)}{v_m} + t_0 \left( \frac{1}{2} - \frac{\sqrt{1 - a_0/a}}{\sqrt{a_0/a}} \right) \right]. \quad (2.98)$$

Для того чтобы компоненты сохранили достаточную прочность после удара, конечная длина трещины должна быть вдвое больше исходной. При таком условии, решая уравнение (2.98) относительно  $t_0$ , получаем

$$t_0 = 4a_0/3v_m \equiv (4/3\pi v_m) (K_{ID}/S_D)^2. \quad (2.99)$$

Для больших отношений  $a/a_0$  продолжительность удара может быть записана в явной форме как

$$t_0 \approx \pi a^{3/2}/v_m a_0^{1/2}. \quad (2.100)$$

Первый результат для малых значений  $a/a_0$  дает максимальную продолжительность, которую можно допустить, чтобы избежать обширной деградации прочности при ударе, т. е. если после удара следует сохранить прочность  $\geq 0,7S_D$ . В то же время второй результат, для больших значений  $a/a_0$ , дает продолжительность, которую можно допустить, чтобы избежать полного разрушения.

<sup>1</sup> Данное условие соблюдается, когда трещина мала по сравнению с размерами компонента; при этом инерционные эффекты и влияние волн напряжений незначительны [18].

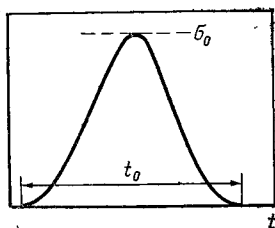


Рис. 107. Зависимость напряжения от времени при ударе

Подставляя типичные для керамических материалов значения  $\alpha_0$ ,  $v_m$  и  $a$  (размер компонента) в уравнения (2.99) и (2.100), получим, что  $t_0$  должно быть  $<10^{-7}$  с для того, чтобы предотвратить значительную деградацию прочности, и  $t_0$  должно быть  $<3 \cdot 10^{-4}$  с для того, чтобы предотвратить полное разрушение. Эти продолжительности очень коротки, а следовательно, можно ожидать, что общая деградация прочности, или полное разрушение керамических конструкционных компонентов, будет происходить при механических ударах с низкой скоростью. Однако следует отметить, что значительное увеличение вязкости разрушения позволило бы допускать намного большие длительности взаимодействия до того, как произойдет разрушение в полной аналогии с деградацией прочности, которая происходит после термического удара (см. раздел 2.5).

### *Напряжения Герца*

Если удар не приводит к разрушению за счет изгибающих напряжений, то все же может происходить деградация прочности как следствие локализованных разрушений. При упругом контакте возникают напряжения Герца [93], которые создают конические трещины, исходящие от кромки площади контакта между ударяющим телом и компонентом [19, 94]. Эти трещины могут понижать прочность изделия, если они крупнее дефектов, контролирующей прочность материала [91].

Приближенный анализ задачи с трещиной Герца для упругих материалов показывает, что, по-видимому, для полностью развившейся конической трещины применимо следующее соотношение [91, 95]:

$$LE/r_{sp}q_0K_I^2 = (16\pi^3/27\beta^2) \xi (r_{sp}/a), \quad (2.101)$$

где  $r_{sp}$  — радиус контакта (рис. 108), а величина  $\xi (r_{sp}/a)$  определяется численным интегрированием напряжения по траектории трещины. По некоторым предварительным данным, наблюдается удовлетворительное совпадение с аналитическим соотношением [91] (рис. 109), однако можно ожидать, что будет проведен более тщательный анализ, который позволит производить более точное прогнозирование роста трещины.

Из рис. 109 ясно, что полностью развившаяся коническая трещина имеет стабильную конфигурацию, т. е. для дополнительного расширения трещины необходимо увеличение нагрузки. Разумеется, это не то же самое, что в случае ранее существовавших поверхностных трещин, которые служат предшественниками трещины Герца. Условие расширения для ранее существовавших трещин приближенно дается условием распространения трещины, подвергнутой однородному растяжению (хотя при больших ранее существовавших трещинах это допущение становится менее удовлетворительным). Таким образом, ожидается, что нагрузка, необ-



ходима для распространения трещины, будет уменьшаться по мере увеличения размера ранее существовавшей трещины (рис. 109 и 110). Следовательно, как только превышена критическая нагрузка  $L_c$  для расширения трещины, трещина будет распространяться нестабильно с переходом в коническую трещину длиной  $a_f$ , как показано на рис. 110.

Величина  $L_c$  зависит от размера ранее существовавшей трещины  $a_0$  и ее конфигурации, упругих свойств компонента и ударяющей частицы, радиуса частицы и т. д. К сожалению, значение  $a_0$  нелегко предопределить, поэтому в настоящее время  $L_c$  может быть получена только эмпирически. Эмпирическую оценку осуще-

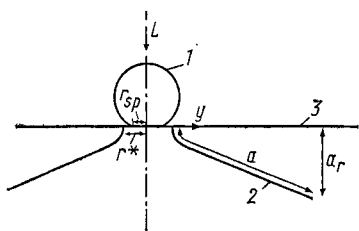


Рис. 108. Схема испытания на определение напряжений Герца с указанием основных размеров: 1 — сферический индентор диаметром  $2r_p$ ; 2 — трещина Герца; 3 — поверхность

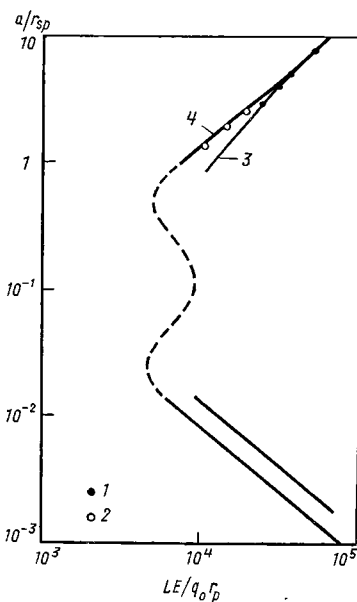


Рис. 109. Вычисленное соотношение между нагрузкой  $L$  и длиной трещины  $a$  для распространения трещины Герца. Показаны также данные для стекла и керамики из оксида алюминия при испытании в режиме больших размеров трещины:

1 — стекло,  $r^*/r_{sp} \approx 1,3$ ; 2 — керамика из оксида алюминия,  $r^*/r_{sp} \approx 1,1$ ; 3 —  $r^*/r_{sp} = 1,4$ ; 4 —  $r^*/r_{sp} = 1,1$

ствляют путем квазистатического вдавливания шарика в поверхность изделия с фиксацией нагрузки, используя акустическую эмиссию в качестве системы обнаружения трещины [96]. Статистическое распределение  $L_c$ , связанное с диапазоном размеров дефектов  $a_0$ , будет получено для каждого шарика в зависимости от его размеров и упругих свойств. Если все ранее существовавшие дефекты, которые создают трещины Герца, принадлежат к одной и той же совокупности, то функция распределения  $L_c$ , полученная для одного шарика, может быть использована для прогнозирования влияния размера шарика и т. п.

До сих пор была проведена только одна серия подобных экспериментов с использованием стекла [97], и они дали особенно обнадеживающие результаты, показав хорошее совпадение измеренных и предсказанных значений  $L_c$ . Надо надеяться, что вскоре

будут проведены дальнейшие исследования этого типа, так что можно будет оценить всеобщность данного метода. Если он не окажется успешным, то эмпирическая калибровка  $L_c$  станет утомительной задачей, требующей отдельных подсчетов по каждому виду и размеру шариков.

Как только были сформулированы функции критической нагрузки, стало возможным рассчитать импульс частицы, необходимый для образования трещины Герца, используя уравнение (2.94), а именно

$$L_c \propto v_p^{6/5} r_p^{1/5}. \quad (2.102)$$

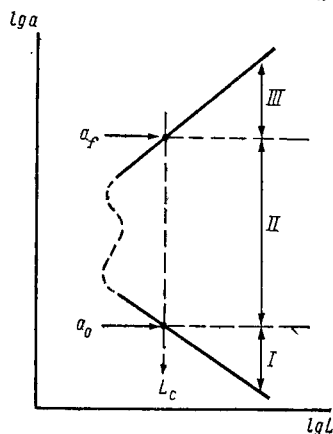


Рис. 110. Схема характерного распространения трещины при испытании по Герцу:

I — дефекты слишком малы, для того чтобы активироваться; II — нестабильное распространение; III — стабильное распространение при условии, что  $L$  возрастает

становится ее величина. Она в первую очередь определяется размером конической трещины, который в принципе может быть предсказан по величине  $L_c$  с использованием полной количественной диаграммы нагрузка—длина трещины. Прочность после деградации определяется тогда по длине конической трещины с помощью эмпирического соотношения [91]

$$S_{deg} = (Z/Y) K_{Ic} / \sqrt{a_r}, \quad (2.103)$$

где  $a_r$  — высота конуса ( $\approx a \cos \Phi_r$ ), а  $Z$  — морфологический параметр дефекта. Для ряда материалов было найдено, что  $Z$  лежит в диапазоне 1,3—1,5 [91]. Это указывает на то, что трещина по опасности сходна с полуэллиптической поверхностной трещиной с отношением длины к глубине, равным 3 : 1 (см. рис. 6).

Предыдущий анализ деградации прочности можно заменить более простым, приближенным анализом для того, чтобы определить основные параметры материала, которые контролируют величину деградации прочности. При рассмотрении рис. 109 или анализе размерностей [19] можно заметить, что существует прибли-

зительное пропорциональное соотношение, описывающее распространение полностью развившейся конической трещины, а именно

$$L \propto K_{Ic} a^{3/2}. \quad (2.104)$$

В сочетании с уравнением (2.103) получаем приближенное соотношение для прочности в критическом состоянии после деградации:

$$S_{deg} \propto K_{Ic}^{4/3} / L_c^{1/3} \text{ или } S_{deg} \propto K_{Ic} a_0^{1/6}. \quad (2.105)$$

Этот результат служит иллюстрацией двух очень важных принципов: а) прочность после деградации увеличивается при возрастании вязкости разрушения материала; б) хорошему сохранению прочности сразу после деградации способствует большой исходный размер дефекта. Первый из этих принципов с учетом более ранних наблюдений относительно того, что начало деградации задерживается при увеличении  $K_{Ic}$ , указывает на ведущую роль вязкости разрушения для регулирования деградации прочности. Это подтверждается данными, полученными в работе [98], которые показывают, что  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $K_{Ic} = 4,9 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ) имеет большую устойчивость к деградации и более высокую прочность после деградации, чем карбид кремния ( $K_{Ic} = 3,6 \text{ МН} \cdot \text{м}^{-3/2}$ ). Зависимость же от размера дефекта может ввести в заблуждение, так как влияние исходного размера дефекта на прочность после деградации проявляется только в критическом состоянии, т. е. эффект исчезает при последующем росте трещины. Когда последующий рост трещины может быть задержан началом множественного растрескивания и т. п., повышенная прочность после деградации все же в некоторых случаях может быть достигнута путем увеличения размера поверхностного дефекта, в особенности в поликристаллических материалах. Отсюда следует, что в тех случаях, когда невозможно избежать деградации прочности, предпочтительной может быть поверхность низкого качества, с крупными трещинами. Поскольку поверхностные дефекты, которые действуют как предшественники трещин Герца, часто весьма отличаются от тех дефектов, которые контролируют прочность при одноосном растяжении поликристаллической конструкционной керамики<sup>1</sup>, деградация поверхности с целью сохранения высокого значения может и не сказаться на самой прочности компонента. Эта возможность заслуживает более подробного рассмотрения.

<sup>1</sup> Дефектами, контролирующими прочность, в нитриде кремния часто являются включения, которые могут находиться как в подповерхностном слое, так и на поверхности. В противоположность этому предшественниками трещин Герца являются более мелкие поверхностные дефекты, возникающие при механической обработке и т. п., которые более равномерно распределены по поверхности.

## 2.5. ТЕРМИЧЕСКОЕ НАПРЯЖЕНИЕ

Наиболее опасные напряжения, которые возникают в керамических системах, часто бывают термическими по своему происхождению. Термические напряжения возникают, когда компоненты конструкции подвергнуты действию температурных градиентов; эти напряжения создают хорошо известную проблему для керамических материалов, так как относительно низкая теплопроводность последних способствует образованию резких градиентов температуры и напряжения. Термические напряжения имеют некоторые специфические особенности, и для оценки материалов требуется их кратко рассмотреть.

### 2.5.1. ВЕЛИЧИНА НАПРЯЖЕНИЯ

Расширение или сжатие соседних слоев материала под действием температурного градиента приводит к соответствующему градиенту деформации. Градиент деформации  $\Delta \epsilon$  зависит от разности температур  $\Delta T$ , коэффициента расширения материала и граничных условий. Для двумерного случая [99]

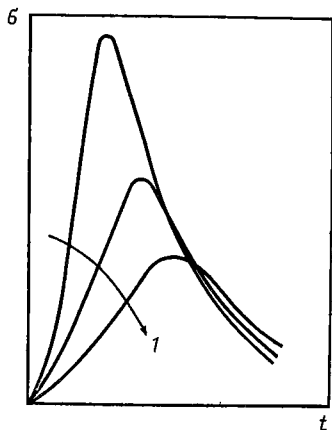
$$\Delta \epsilon = \alpha \Delta T \quad (2.106)$$

или, исходя из перепада напряжений  $\Delta \sigma$ :

$$\Delta \sigma = E \alpha \Delta T. \quad (2.107)$$

Отсюда следует, что основные требования к керамическому материалу, подвергающемуся в эксплуатации действию температурных градиентов, состоят в низком коэффициенте расширения и низком модуле упругости или податливости. Это объясняет значительный интерес, проявляемый в настоящее время к высокотемпературным конструкционным применениям нитрида кремния ( $\alpha \approx 3 \cdot 10^{-6}$  град $^{-1}$ ,  $E \approx 3 \cdot 10^5$  МПа).

Рис. 111. Изменение поверхностного напряжения со временем при термическом ударе ( $I$  — уменьшенное скорости теплопередачи)



Условия, при которых происходит наибольшее ослабление материала, имеют место при циклическом изменении температуры, особенно при охлаждении, когда на поверхности возникают растягивающие напряжения. Такое состояние называется термическим ударом, а максимальное растягивающее напряжение, которое возникает при этом, составляет [100]

$$\sigma_{\max} = \alpha E (\Delta T) g' / (1 - \nu), \quad (2.108)$$

где  $\Delta T$  — исходный перепад температур между телом и окружающей средой, а  $g'$  — параметр, который зависит от геометрии тела,

коэффициента теплопередачи (от тела в окружающую среду) и теплопроводности [100]. Проектируя компоненты, устойчивые к термическим ударам, необходимо рассчитывать и оптимизировать все эти величины.

Вообще говоря, напряжение является функцией времени и пространственного расположения в компоненте; обычно зависимость напряжения от времени имеет вид, представленный на рис. 111 [100]. Эти напряжения можно рассчитать, однако форма большинства конструкционных компонентов настолько сложна, что для расчета требуется использовать метод конечных элементов.

### 2.5.2. УСЛОВИЯ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТРЕЩИНЫ

Условие для начального расширения трещины вследствие термического напряжения такое же, как и при механическом напряжении [101], т. е.  $K_I$  должен превзойти  $K_{Ic}$  (или  $K_0$ , если происходит медленный рост трещины). Таким образом, для расчета критического перепада температур  $\Delta T_c$ , который приводит к распространению трещины, требуется определить  $K_I$  по распределению напряжения  $\sigma(x, y, z, t)$  вдоль пути разрушения. Для подробного расчета обычно требуются численные методы, но первое приближение можно получить аналитически, используя соотношение [102, 109]

$$K_I = 2 \sqrt{\frac{a}{\pi}} \int_0^a \frac{\sigma_{yy}(x, y, z, t) \omega(x/a) dx}{\sqrt{a^2 - x^2}}. \quad (2.109)$$

На практике обычно допускают, что напряжение вдоль трещины постоянно и равно своей максимальной величине [101, 103], полученной по уравнению (2.108), откуда

$$K_I = [\sqrt{\pi a} E g'(\Delta T)] / (1 - \nu). \quad (2.110)$$

Этот метод в некоторых случаях может привести к завышению значения  $K_I$ , потому что в условиях максимального напряжения градиент напряжения обычно бывает очень крутым. Поэтому для полной точности рекомендуется производить интегрирование уравнения (2.109).

Когда происходит медленный рост трещин, наблюдается явление, известное как термическая усталость. При каждом термическом цикле происходит некоторое субкритическое расширение трещины, пока, в конце концов, трещина не достигает критического размера, после чего образуется макротрещина. В этом процессе существует функциональное соотношение между числом циклов  $N_0$  и перепадом температур  $\Delta T$  при постоянных условиях теплопередачи (рис. 112). Термическую усталость можно анализировать следующим образом.

Прежде всего получим  $K_I$  из распределения напряжений [уравнение (2.109)]; затем используем функциональное соотношение между  $K_I$ ,  $\sigma$  и  $T$  при медленном росте трещины для того, чтобы

получить приращение длины трещины за один термический цикл. Например, медленный рост трещин в нитриде кремния можно выразить в виде [45]

$$v = da/dt = \alpha^* K_1^n \exp(-Q/RT), \quad (2.111)$$

где  $Q$  — кажущаяся энергия активации для процесса медленного роста трещины. Подставляя  $K_1$  из уравнения (2.109) и разделяя переменные, получаем

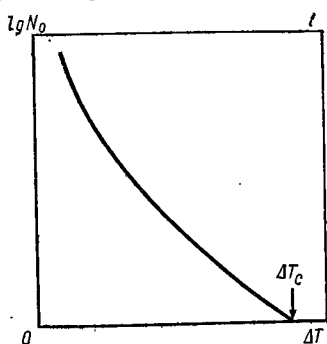


Рис. 112. Типичное изменение числа термических циклов  $N_0$  до разрушения в зависимости от перепада температур  $\Delta T$

$$\int_{a_1}^{a_2} \frac{da}{a^{n/2}} = \alpha^* \int_0^t \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \times \\ \times \left[ \frac{2}{V\pi} \int_0^a \frac{\sigma w(x/a) dx}{V(a^2 - x^2)} \right]^n dt, \quad (2.112)$$

где  $t$  — длительность цикла. Это довольно сложное выражение, для которого обычно требуется численное решение [104]. Однако для некоторых случаев можно получить аналитические решения; например,

если напряжение по длине трещины приблизительно постоянно, то получим

$$1 - \left(\frac{a_1}{a_2}\right)^{(n-2)/2} = a_1^{(n-2)/2} \left\{ \frac{(n-2)\pi^{n/2}}{2} \alpha^* \int_0^{t_c} \sigma(t)^n \times \right. \\ \left. \times \exp\left[-\frac{Q}{RT(t)}\right] dt \right\}. \quad (2.113)$$

Подстановка наблюдаемых значений  $\sigma(t)$  и  $T(t)$  позволяет получить окончательное решение. Удобное выражение для  $\sigma(t)$ , которому отвечает большинство наблюдаемых изменений напряжения, представляет собой функция плотности распределения Вейбулла [105]:

$$\sigma = \sigma^* (t/t_0)^{M^*-1} \exp[-(t/t_0)^{M^*}], \quad (2.114)$$

где  $t_0$  и  $M^*$  — константы. Тогда, если большая часть роста трещины происходит практически при постоянной температуре, результирующее выражение легко интегрируется и дает

$$1 - \left(\frac{a_1}{a_2}\right)^{(n-2)/2} = \frac{a_1^{(n-2)/2} (n-2) \alpha^* \pi^{n/2} (\sigma^*)^n}{2} \frac{t_0^{(M^*+n)}}{M^* n^{(M^*+m)/M^*}} \times \\ \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \Gamma\left(\frac{M^*+n}{M^*}\right), \quad (2.115)$$

где  $\Gamma$  — гамма-функция. Если же значительная часть роста трещины происходит в то время, когда температура изменяется, то следует принимать соответствующие функции для  $T(t)$ , дающие другую серию решений для  $a_2/a_1$ . Можно получить происходящий в этом случае рост трещины за каждый цикл и, следовательно, число циклов, необходимое для достижения критического размера, чтобы прогнозировать образование макротрещины.

### 2.5.3. ДЕГРАДАЦИЯ ПРОЧНОСТИ

Остановке трещины способствуют условия термических напряжений отчасти вследствие того, что термические градиенты накладывают ограничения по деформации, и по мере распространения трещины уменьшение податливости (эффективного модуля) стремится понизить напряжение и, следовательно,  $K_I$ . Это можно легко выразить количественно для упрощенных деформационных полей. Рассмотрим тело, подвергнутое однородной постоянной деформации  $\varepsilon$ , пропорциональной величине  $\alpha\Delta T$ . Тогда напряжение для одной трещины длиной  $a$  составит [106]

$$\sigma = E\varepsilon/(1 + 2\pi a^2/lw). \quad (2.116)$$

Таким образом, статически определенный коэффициент интенсивности напряжения будет равен

$$K_I = E\varepsilon\sqrt{\pi a}/(1 + 2\pi a^2/lw), \quad (2.117)$$

а при критической для распространения трещины деформации он становится равным

$$K_I = K_{Ic}(a/a_0)^{1/2} \{ [3(a_s/a_0)^2 + 1] / [3(a_s/a_0)^2 + (a/a_0)^2] \}, \quad (2.118)$$

где  $a_s = \sqrt{lw/6\pi}$ . Графическое построение этого уравнения (сравните с рис. 65) показывает, что коэффициент интенсивности напряжения сначала возрастает, достигая максимума, а затем уменьшается по направлению к  $K_{Ic}$ .

Многие исследования (см. часть 1) показывают, что остановка трещин в керамических материалах может происходить при  $K_I \approx K_{Ic}$ . Введение этого условия в уравнение (2.118) позволяет рассчитать приращение длины трещины  $\Delta a$  при  $a_0 < a_s$ :

$$\Delta a = a_0 \{ [3(a_s/a_0)^2]^{2/3} - 2/3 [3(a_s/a_0)^2]^{1/3} - 4/3 \}. \quad (2.119)$$

Новую длину трещины можно теперь использовать, чтобы рассчитать прочность компонента после деградации

$$S_{deg} = K_{Ic}/Y(a_0 + \Delta a)^{1/2}, \quad (2.120)$$

которая при малой  $a_0$  определится как

$$S_{deg} = a_0^{1/6} K_{Ic} / 3^{1/3} \pi a_s^{2/3}. \quad (2.121)$$

Хорошему сохранению прочности материала после термического удара, следовательно, способствуют большая вязкость

разрушения и крупный размер ранее существовавших трещин. Полученные результаты сходны с решением для удара летящими частицами (см. раздел 2.4). В условиях эксплуатации, когда ожидается резкий термический удар, высокая конструкционная характеристика достигается, таким образом, при использовании керамических материалов с высокой ударной вязкостью.

## 2.6. МНОГООСНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ

Конструкционные компоненты обычно не подвергаются действию простых одноосных напряжений, более вероятны сложные многоосные напряжения. Поэтому влияние многоосных напряжений на прочность нуждается в соответствующей характеристике. К сожалению, имеется лишь небольшое количество хороших данных о многоосной прочности, главным образом вследствие трудностей, связанных с испытанием, так что современное представление о разрушении в условиях многоосных напряжений весьма нечетко. Однако все же возможно рационализировать имеющиеся модели, которые помогут интерпретировать экспериментальные данные, когда они появятся.

### 2.6.1. МОДЕЛИ РАЗРУШЕНИЯ

Большинство конструкционных компонентов испытывает трехосные напряжения внутри и двухосные на поверхности. Состояние двухосного напряжения обычно является наиболее критическим, и поэтому здесь рассматривается именно это состояние. Каждый квадрант диаграммы двухосного разрушения исследован отдельно.

#### *Двухосное растяжение*

*Критическое условие для распространения трещины.* Было постулировано несколько теорий распространения трещины при двухосном напряжении, основанных на термодинамическом условии [107], критерии максимального растягивающего напряжения [108] и минимальной плотности энергии деформации [109]. Термодинамическое условие неустойчивости трещины, рассчитанное для плоской сквозной трещины, имеет вид [107]

$$(\sigma_1 \cos \Phi)^2 + (\sigma_2 \sin \Phi)^2 - (1 - 4\nu) \sigma_1 \sigma_2 = \sigma_t^2, \quad (2.122)$$

где  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  — главные растягивающие напряжения;  $\Phi$  — угол наклона трещины по отношению к  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  — напряжение, необходимое для расширения трещины при одноосном растяжении. Из этого решения вытекает, что критический коэффициент интенсивности при двухосном напряжении будет зависеть от коэффициента Пуассона (рис. 113).

Исходя из критерия критического растягивающего напряжения, было предсказано, что расширение трещины будет происходить, когда максимальное растягивающее напряжение у кончика трещины достигнет критической величины. В условиях двухосного растяжения эта теория дает [108]

$$\sigma_1 + \sigma_2 \{ (\sigma_c/\sigma_t - 8) / [\sigma_c/\sigma_t + 4 + 4(\sigma_c/\sigma_t + 1)^{1/2}] \} = \sigma_t, \quad (2.123)$$

где  $[2 + \sigma_c/\sigma_t - 2(\sigma_c/\sigma_t + 1)^{1/2}] / (\sigma_c/\sigma_t - 8)$  эквивалентно отношению большой и малой осей эллиптической сквозной трещины;  $\sigma_c$  — одноосное сжимающее напряжение при расширении дефекта. Для плоской трещины  $\sigma_c/\sigma_t = 8$ , а критический коэффициент интенсивности напряжения при двухосном растяжении идентичен величине этого коэффициента для одноосного растяжения. Поэтому данное решение совершенно отлично от термодинамического. Кроме того, из решения по максимальному напряжению вытекает, что критический коэффи-



коэффициент интенсивности напряжения при двухосном растяжении больше, чем при одноосном (см. рис. 113) [108].

Согласно концепции плотности энергии деформации, предложенной Сихом [109], принимают, что распространение трещины происходит в том направлении, в котором плотность энергии деформации  $S^0$  обладает постоянной величиной, т. е.  $dS^0/d\theta = 0$ , где  $\theta$  — угловая зависимость (см. рис. 3). Тогда условие распространения трещины определяется критическим для данного материала значением плотности энергии деформации  $S_c^0$  в направлении распространения трещины. В общем виде плотность энергии деформации связана с коэффициентами интенсивности напряжения  $K_I$  и  $K_{II}$  соотношением

$$S^0 = \beta_{11}K_I^2 + 2\beta_{12}K_IK_{II} + \beta_{22}K_{II}^2, \quad (2.124)$$

где для условий плоской деформации

$$\beta_{11} = (1/16\mu) [(1 + \cos \theta) (3 - 4\nu - \cos \theta)],$$

$$\beta_{12} = \left(\frac{1}{8}\mu\right) \sin \theta [\cos \theta + 2\nu - 1],$$

$$\beta_{22} = (1/16\mu) [4(1 - \nu)(1 - \cos \theta) + (1 + \cos \theta)(3 \cos \theta - 1)].$$

Задача расчета критического условия распространения трещины сводится, таким образом, к расчету  $K_I$  и  $K_{II}$  для испытываемой системы с последующим дифференцированием для получения постоянной величины. Этот подход привлекателен тем, что он дает также информацию о направлении распространения трещины в условиях сложного напряженного состояния. Однако пока что это только постулат, который должен быть подтвержден экспериментально.

**Статистические эффекты.** Как только установлено влияние двухосного напряженного состояния на условие распространения трещины, следует рассмотреть статистические эффекты, влияющие на прочность материала. При одноосном растяжении, по-видимому, будут расширяться только дефекты, ориентация которых приблизительно перпендикулярна направлению приложенного растягивающего напряжения (см. рис. 113), так как существует сильная зависимость от ориентации  $K_I$  или  $S^0$ . Когда приложено однородное двухосное растяжение, расширению подвержены все дефекты, приблизительно перпендикулярные плоскости приложенного напряжения (рис. 113). Поэтому при двухосном растяжении имеет место большая, чем при одноосном, плотность вероятности для расширения соответственно ориентированных дефектов данного размера. Таким образом, благодаря статистике распределения размеров дефектов отношение

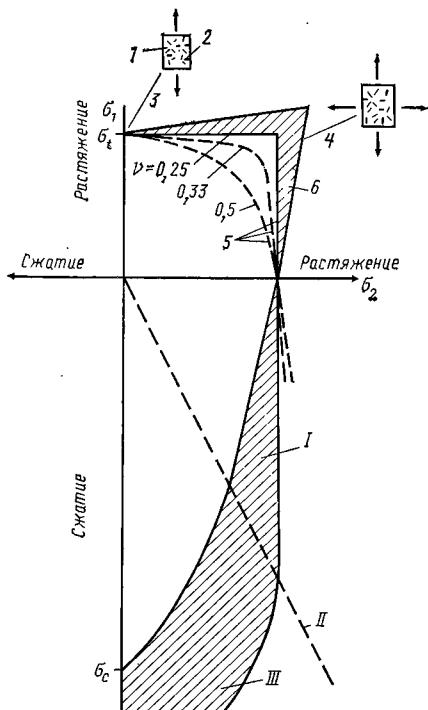


Рис. 113. Диаграмма двухосного разрушения хрупких материалов, показывающая прогнозы расширения трещины по термодинамическому критерию максимального растягивающего напряжения:

I — дефекты; 2 — дефекты, ориентированные для расширения; 3 — одноосное растяжение; 4 — двухосное растяжение; 5 — термодинамическая нестабильность; 6 — критерий максимального растягивающего напряжения; I —  $\sigma_1 = \sigma_t$  —  $-\sigma_2 \{(\sigma_c/\sigma_t - 8)/[\sigma_0/\sigma_t + 4 + 4 \times (\sigma_c/\sigma_t + 1)^{1/2}]\}$ ; II —  $\sigma_1/\sigma_2 = -$  —  $(3a/b+1)/(a/(b-1))$ ; III —  $\sigma_1 = 1/2[2\sigma_2 - \sigma_c + (\sigma_c^2 - 8\sigma_c\sigma_2)^{1/2}]$

медианных прочностей при разрушении для двухосного и одноосного растяжения, по-видимому, должно быть меньше, чем отношение напряжений распространения трещин.

Статистическое описание многоосного разрушения более сложное, чем одноосного, и только сейчас начинают появляться подробные модели [110]. Рассмотрим простую модель, основанную на

вейбулловском понятии «риска разрушения», так как компоненты этой модели — неотъемлемая часть любого анализа многоосного разрушения.

Для общего случая трехосного напряженного состояния напряжение в любой точке составляет [111]

$$\sigma = \sigma_1 \cos^2 \Phi \cos^2 \theta + \sigma_2 \cos^2 \theta \sin^2 \theta + \sigma_3 \sin^2 \theta, \quad (2.125)$$

где  $\Phi$  и  $\theta$  — углы наклона соответственно с плоскостью 1—2 и плоскостью 1—3. Элементарный объем  $dV$  сферического тела радиусом  $r$  определяем как

$$dV = (r^3/3) \cos \Phi d\Phi d\theta. \quad (2.126)$$

Тогда «риск разрушения» по уравнению (2.59) составит [111]

$$\xi = \beta_m (r^3/3) (\sigma_1/\sigma_0)^m \iint \times [\cos^2 \Phi \cos^2 \theta + (\sigma_2/\sigma_1) \cos^2 \Phi \times \sin^2 \theta + (\sigma_3/\sigma_1) \sin^2 \Phi - (\sigma_u/\sigma_1)^m \cos \Phi d\Phi d\theta, \quad (2.127)$$

где  $\beta_m$  — константа, которая позволяет различать «риск разрушения» при одноосном и двухосном растяжении, характеризуемая величиной напряжения распространения трещины. Численное интегрирование показывает, что уравнение (2.127) может быть выражено в виде

$$\xi_p = \beta_m V (\sigma_1/\sigma_0)^m (I/I_0). \quad (2.128)$$

где  $I$  — фактор напряжения, который был получен для большого диапазона значений  $\sigma_2/\sigma_1$ ,  $\sigma_3/\sigma_1$ ,  $m$  и  $\sigma_u$ ;  $I_0$  — значение  $I$  при  $\sigma_u = \sigma_2 = \sigma_3 = 0$ .

Приравнивая значение «риска разрушения» при одноосном и двухосном напряжениях, получаем

$$\sigma_1 = \beta_m (\sigma_1 - \sigma_u) / (I/I_0)^{1/m}. \quad (2.129)$$

Это соотношение между прочностью при одноосном и двухосном растяжении не сравнивалось с экспериментальными данными главным образом из-за недостаточности имеющейся информации. Однако большинство данных, которые были получены для конструкционных керамических материалов [24, 112] (рис. 114), указывает на то, что прочность при двухосном растяжении ниже, чем при одноосном, что находится в качественном соответствии с данным результатом.

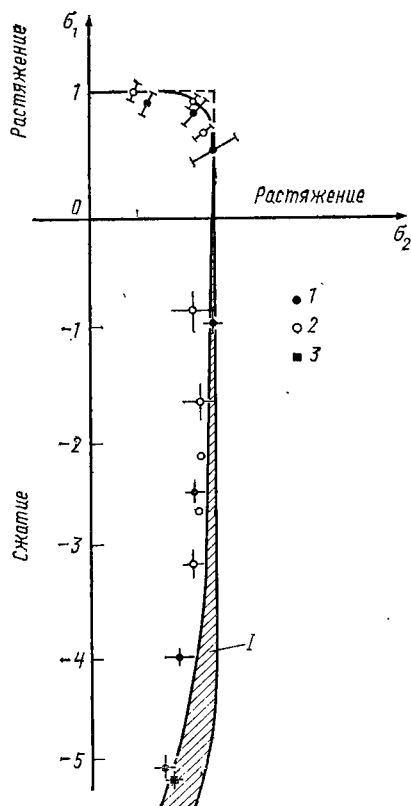


Рис. 114. Данные о двухосных разрушающих напряжениях, полученные для трех видов оксидной керамики:  $I$  — допустимый диапазон решений для критерия максимального растягивающего напряжения; 1 — оксид титана; 2 — оксид алюминия; 3 — оксид циркония

Изложенный выше подход к анализу прочности при многоосном растяжении является основополагающим для хрупких материалов, которые разрушаются от ранее существовавших дефектов. Если обнаружено, что не существует достаточного соответствия между эмпирическими данными и предсказанным по уравнению (2.129) результатом, это должно быть или вследствие того, что функция распределения Вейсбулла недостаточно точно описывает распределение размеров дефектов, или вследствие неправильного выбора критерия распространения трещины. Другие аналитические методы, основанные, например, на критерии Кулом—Мора, не имеют основополагающего значения для конструкционных керамических материалов и полезны только в качестве описаний прочности, если они вообще дают возможность произвести оценку прочности при сложном напряженном состоянии.

### *Растяжение—сжатие*

При одноосном сжатии полному разрушению часто предшествует субкритическое растрескивание и процесс разрушения может включать сложную последовательность явлений распространения и остановки трещины. Однако, когда дополнительно прикладывают значительные растягивающие напряжения, разрушение происходит от ранее существовавших дефектов, и тогда анализ условия расширения исходной трещины дает напряжение для полного разрушения.

Здесь, как и для двухосного растяжения, имеется несколько подходов к анализу расширения трещины. Термодинамический анализ и анализ по максимальному напряжению дают информацию только о расширении исходной трещины (по крайней мере на нынешней стадии их разработки) и могут использоваться для прогнозирования разрушения только тогда, когда исходное расширение ведет к разрушению конструкции. С этой оговоркой можно применять представленные в уравнениях (2.122) и (2.123) решения (термодинамическое и по критическому напряжению) непосредственно к квадранту сжатие—растяжение при отношениях сжатие/напряжение примерно меньше 4 (рис. 113). Для больших сжимающих напряжений требуются другие решения. Уравнение для критического напряжения в этом режиме представляет собой [108]

$$2\sigma_1 = 2\sigma_2 - \sigma_c + (\sigma_c^2 - 8\sigma_c\sigma_2)^{1/2}. \quad (2.130)$$

Метод расчета по плотности энергии деформации, сформулированный в предыдущем разделе, можно применять для всего квадранта. Этот метод также имеет потенциальные возможности использования для прогнозирования всего процесса разрушения, приводящего к выходу из строя конструкции. Усовершенствование данного метода в течение последующих нескольких лет должно значительно продвинуть наше понимание разрушения в этом квадранте напряжения.

Помимо влияния многоосного напряженного состояния на условие распространения дефекта, здесь будут иметь место и статистические эффекты, влияющие на прочность при разрушении. Статистический анализ для данного квадранта значительно более сложен, чем для квадранта двухосного напряженного состояния, вследствие ориентационной зависимости напряжения, необходимого для распространения дефекта, и удовлетворительных решений до настоящего времени получено не было.

### *Сжатие—сжатие*

Этот квадрант представляет интерес для конструкционных приложений, которые включают предварительно напряженные конструкции с металлическими стяжными стержнями. Разрушение в этом квадранте (включая одноосное напряжение) неизменно требует субкритического расширения трещин, а максимальная нагрузка во время разрушения зависит от процессов объединения дефектов и т. д. В данной работе не рассматриваются механизмы расширения трещины; необходимые сведения об этом могут быть получены из работы по механике горных пород [113].

Для конструкционных керамических материалов пока только один раз были получены данные по этому квадранту, и эти данные показывают, что прочность при двухосном сжатии примерно на 30% выше, чем при одноосном [114].

## 2.7. ПОЛЗУЧЕСТЬ

Под действием нагрузок, которые часто значительно меньше, чем напряжение разрушения, и в особенности при повышенных температурах многие керамические материалы постепенно пластически деформируются, или «ползут», до тех пор пока не создадутся условия, приводящие к катастрофическому разрушению. Очевидно, что при проектировании керамических материалов необходимо принимать в расчет их поведение при ползучести, с тем чтобы в течение ожидаемого срока службы конструкции избежать ее чрезмерной пластической деформации или преждевременного разрушения.

Ряд детальных исследований поведения при ползучести различных керамических систем был проведен с целью выявления механизмов, контролирующих скорость деформации в конкретных условиях эксперимента. Хотя в имеющихся в настоящее время данных, вероятно, вследствие микроструктурных различий между разными партиями материалов существуют явные несоответствия и некоторые расхождения, ясно, что ползучесть — важная область будущих исследований, представляющая главную предпосылку для теоретического прогнозирования долгосрочных высокотемпературных характеристик. В данной работе кратко рассматривается поведение различных керамических материалов при ползучести.

### 2.7.1. ХАРАКТЕР КРИВЫХ ПОЛЗУЧЕСТИ

Типичные кривые ползучести, представляющие зависимость деформации  $\epsilon$  от времени  $t$ , представлены на рис. 115, а. Для большинства материалов зависимость деформации от времени имеет вид кривой А, на которой выделяют: мгновенную деформацию  $\epsilon_i$ , происходящую тотчас же при нагружении; период первичной ползучести (стадия I), в котором скорость ползучести уменьшается с увеличением деформации; вторичный, или установившийся, период (стадия II), где скорость ползучести практически остается постоянной; третичный период (стадия III), где скорость ползучести постоянно возрастает вплоть до разрушения. Во многих экспериментах по ползучести керамики, проведенных при сжатии в условиях постоянной нагрузки, не удавалось обнаружить стадию III ползучести и испытания прерывали в пределах стадии II. Тем не менее, трехстадийное поведение отчетливо проявляется при испытаниях на ползучесть при сжатии, проведенных на поликристаллическом  $MgO$  [115] и  $ZrO_2$ , стабилизированном оксидами иттрия и редкоземельных металлов [116], и в испытаниях на ползучесть при растяжении монокристаллического и поликристаллического  $Al_2O_3$  [28, 30].

При некоторых условиях эксперимента можно наблюдать, что мгновенная деформация и деформация на стадии I очень малы, а в других случаях поликристаллические образцы сразу же после приложения нагрузки проявляют установившуюся ползучесть (кривая *B* на рис. 115, *a*). Стадия I на кривой ползучести типа *A* связана с образованием внутризеренной субструктуры, которая затем во время установившейся стадии по существу остается постоянной. Кривые ползучести типа *B* характерны для механизмов деформации, которые не требуют образования субструктуры, таких как диффузионная ползучесть Набарро—Херринга или Кобла (см. раздел 2.7.2) [117]. Примером кривых ползучести

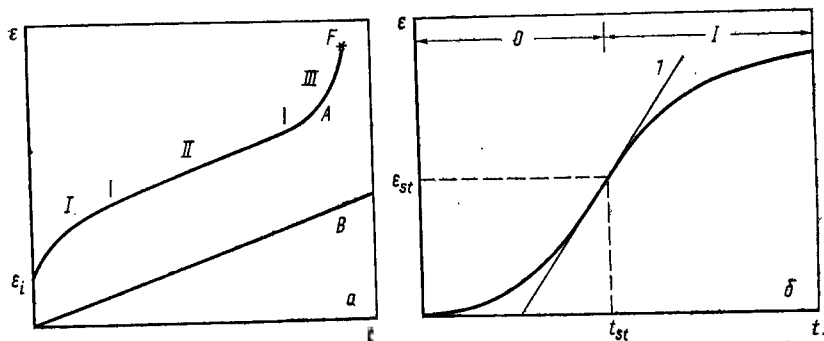


Рис. 115. Кривые ползучести керамических материалов: *a* — типичные ( $F$  — разрушение); *б* — сигмоидальная, характерная для некоторых монокристаллов с очень низкой исходной плотностью дислокаций ( $1 - d\epsilon/d\epsilon = 0$ )

типа *B* являются результаты испытаний поликристаллического NaCl [118].

Другой возможный вариант ползучести существует у монокристаллов с очень низкой начальной плотностью дислокаций, когда могут наблюдаться сигмоидальные кривые ползучести (рис. 115, *б*). В этом случае первичной стадии предшествует область низкой, но возрастающей скорости ползучести (нулевая стадия), а область установившейся ползучести часто достигается только при деформациях свыше  $\sim 0,1$ . Увеличивающаяся скорость ползучести на начальной (нулевой) стадии связана с увеличением плотности дислокаций вследствие процессов размножения<sup>1</sup>, а это приводит к сигмоидальной форме кривой ползучести с точкой перегиба при значении деформации  $\epsilon_{st}$  или установившемся состоянию между нулевой и первичной стадиями [120, 121]: в этой точке  $d\epsilon/d\epsilon = 0$ . Сигмоидальные кривые ползучести получали при испытаниях монокристаллов CoO [122], LiF [123, 124] и NaCl [125]. Теория сигмоидальной ползучести указывает, что отношение величины

<sup>1</sup> Аналогичный эффект наблюдают на кривых ползучести поликристаллических материалов, например  $Al_2O_3$  [119], где увеличивающаяся скорость ползучести связывают с рекристаллизацией во время испытания.

деформации за некоторое время  $t$  к деформации в точке перегиба пропорционально отношению  $t/t_{st}$ , где  $t_{st}$  — время, необходимое для достижения стационарного состояния. Эта теория хорошо согласуется с результатами, полученными на монокристаллах LiF (рис. 116). Здесь несколько кривых ползучести, полученных при различных условиях эксперимента, нанесены на график в виде зависимости  $\varepsilon/\varepsilon_{st}$  от  $t/t_{st}$  [123].

Так как общая деформация на стадии I кривой ползучести поликристаллического материала, часто весьма мала, то ее можно

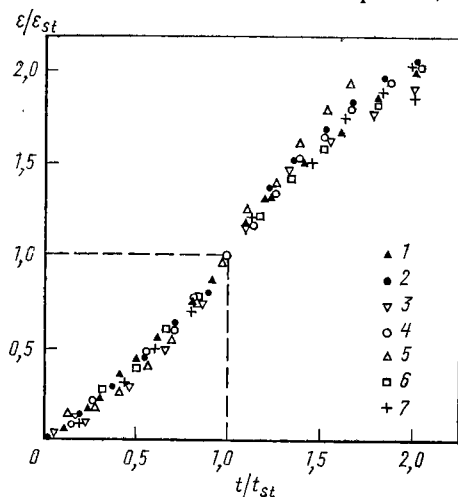


Рис. 116. Зависимость нормализованной деформации  $\varepsilon/\varepsilon_{st}$  от нормализованного времени  $t/t_{st}$  для монокристаллов LiF при следующих условиях испытания;

Точки	1	2	3	4
$T, K$	772	802	843	843
$\sigma, \text{МПа}$	1,98	2,08	1,76	0,97
Точки	5	6	7	
$T, K$		873	893	944
$\sigma, \text{МПа}$		1,10	1,09	0,58

в принципе учесть при проектировании конструкционных компонентов. Более серьезную проблему представляет собой стадия II, которая часто охватывает широкий диапазон деформации и в конце концов приводит к третичной ползучести и разрушению. Допуск на деформацию ползучести при проектировании конструкций настоятельно требует точного знания механизма деформации, действующего при любом выбранном сочетании внешних условий. Поэтому в целях сопоставления действительного поведения материала при установившейся ползучести с поведением, характеризующимся одним из нескольких конкретных механизмов ползучести, обычно проводят лабораторные испытания.

## 2.7.2. МЕХАНИЗМЫ ПОЛЗУЧЕСТИ

Следуя общепринятой методике [126], механизмы деформации, встречающиеся при высокотемпературной ползучести, удобно разделить на две группы. К первой группе относятся «граничные механизмы», которые зависят от наличия зерен и поэтому характеризуют только ползучесть поликристаллов. Ко второй группе относятся «решеточные механизмы», которые по своей природе являются полностью внутризеренными и, таким образом, с равной

вероятностью могут наблюдаться как в поликристаллическом материале, так и в монокристаллах. Различные механизмы каждой из этих двух групп рассматриваются ниже.

### Граничные механизмы

Граничные механизмы представляют собой процессы, в результате которых на границах зерен возникают деформации и, согласно определению, в поликристаллической матрице имеет место относительное перемещение зерен. Различают два типа границ: границы, содержащие жидкую или жидкоподобную вторую фазу, и границы, в которых вторая фаза отсутствует. С этими двумя типами границ связаны и существенно различные процессы.

*Границы, содержащие вторую фазу.* Если на внутренних границах поликристалла существует ньютоновская жидкость или жидкоподобная вторая фаза, то скорость сдвига по плоской границе  $\dot{\gamma}_{gb}$  определяют по уравнению [127]

$$\dot{\gamma}_{gb} = (\Lambda \tau D_{ph}) / kT, \quad (2.131)$$

где  $D_{ph}$  связан с термической активацией во второй фазе. Если жидкоподобный слой настолько широк, что смежные зерна или граничные неупорядоченности не оказывают сопротивления процессу сдвига, то возникающая скорость деформации ползучести соответствует ньютоновскому вязкому течению<sup>1</sup>. В реальной поликристаллической матрице она целиком определяется скоростью разделения тех границ, которые испытывают растягивающее напряжение [128]. Если границы разупорядочены, а жидкоподобный слой недостаточно широк, то наблюдаемая скорость ползучести определяется скоростью преодоления геометрических препятствий [129]. Это может привести к поведению, которое по своему характеру не соответствует ньютоновскому вязкому течению<sup>2</sup>.

*Границы, не содержащие второй фазы.* Хотя присутствие вязких граничных фаз имеет важное значение для некоторых новейших конструкционных материалов, например для  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , и для некоторых огнеупоров, большинство традиционных керамических материалов не содержит граничной фазы и по всей толщине границы раздела сохраняется кристаллическое состояние. Перемещение зерен в таком случае аккомодируется одним (или более) из трех следующих процессов:

1. Чистая упругая деформация зерен [131]. В этих условиях в зернах возникают внутренние напряжения, которые развива-

<sup>1</sup> Если скорость ползучести пропорциональна  $\sigma^n$ , то при  $n = 1$  вязкое течение считается ньютоновским, а при  $n > 1$  — неньютоновским.

<sup>2</sup> В предельном случае, когда граница зерна моделируется как тонкий слой толщиной  $d_{gb}$  (равной  $\sim 2b$ ), который ведет себя подобно ньютоновской жидкости,  $D_{ph}$  заменяется на  $D_{gb}$ , а  $\Lambda = 8d_{gb}b$  [130].

ются до тех пор, пока их перемещение не прекратится [132]. Суммарная величина упруго аккомодируемого перемещения зерен исключительно мала, и поэтому данный тип аккомодации не имеет большого значения при ползучести, хотя и становится важным в экспериментах по внутреннему трению.

2. Диффузионное течение вакансий. Этот процесс, обычно называемый диффузионной ползучестью, в настоящее время весьма хорошо изучен и будет рассмотрен ниже.

3. Пластическое течение с полной или частичной аккомодацией. Этот процесс, называемый проскальзыванием по границам зерен, изучен недостаточно хорошо; он также будет рассмотрен ниже.

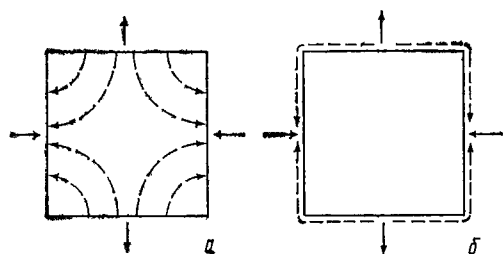


Рис. 117. Поток вакансий под действием приложенного напряжения сдвига через зерно (а) и по границам зерна (б)

1. Диффузионная ползучесть. Смещение зерен, аккомодируемое диффузионным течением. Этот процесс может рассматриваться либо как «диффузионная ползучесть при относительном смещении зерен» [133], либо как «проскальзывание по границам зерен с диффузионной аккомодацией» [132]<sup>1</sup>. Скорость ползучести для первого процесса определяют путем анализа диффузионного потока вакансий, а для второго процесса получают из анализа смещения зерен, при этом обе методики приводят по существу к идентичным соотношениям [132].

Теоретические скорости ползучести. Поток вакансий возникает в любом материале, где есть области, в которых концентрации вакансий отличаются от равновесного значения.

На рис. 117 показано изолированное зерно (квадратной формы) в поликристаллической матрице с приложенным напряжением сдвига. Границы, находящиеся под напряжением растяжения, имеют концентрацию вакансий выше равновесного значения, а границы, находящиеся под напряжением сжатия, имеют концентрацию вакансий ниже равновесной. Для восстановления условий равновесия возникает поток вакансий, который может проходить как по объему зерен (рис. 117, а), так и вдоль их границ (рис. 117, б). Этот поток эквивалентен потоку вещества противоположного

<sup>1</sup> Следует подчеркнуть, что процесс «проскальзывания по границам зерен с диффузионной аккомодацией» отличается от проскальзывания по границам зерен, часто наблюдаемого в условиях высокотемпературной ползучести [134].



направления, так что зерна становятся удлинёнными вдоль оси растяжения.

Если течение вакансий происходит в объеме зерен, то такой процесс называют ползучестью Набарро—Херринга [135, 136], а скорость установившейся ползучести определяют по уравнению

$$\dot{\epsilon} = B_1 V_a \sigma D_l / G^2 kT. \quad (2.132)$$

Считая, что  $V_a = 0,7b^3$ , уравнение (2.132) можно записать в виде

$$\dot{\epsilon} = 0,7B_1 (D_l \mu b / kT) (b/G)^2 (\sigma/\mu). \quad (2.133)$$

Константа  $B_1$  зависит от формы зерна и распределения нагрузки. Значения  $B_1$ , рассчитанные для различных условий опыта, изменялись от 12 до 40 [137]. Для поликристаллов с полной релаксацией на границах зерен при одноосном растяжении теоретический расчет дает значение  $B_1 = 13,3$  [136, 138]. В то же время обзор многочисленных экспериментальных данных, полученных для металлов, указывает на хорошее соответствие уравнению (2.132), если принято значение  $B_1 = 40$  [139], что также согласуется с представлением о морфологии зерен в поликристаллических материалах [140]. Поэтому наиболее подходящее значение для константы в уравнении (2.133) должно быть  $0,7 \times 40 = 28$ .

Если течение вакансий происходит по границам зерен, то такой процесс называют ползучестью Кобла [141], а скорость установившейся ползучести при одноосном растяжении определяют по уравнению<sup>1</sup>

$$\dot{\epsilon} = (150/\pi) (V_a \sigma D_{gb} d_{gb} / G^3 kT). \quad (2.134)$$

Принимая  $V_a = 0,7b^3$ , уравнение (2.134) можно представить в виде

$$\dot{\epsilon} = 33,4 (D_{gb} \mu b / kT) (d_{gb}/b) (b/G)^3 (\sigma/\mu). \quad (2.135)$$

<sup>1</sup> Вследствие различий в величинах энергии образования катионных и анионных вакансий в источниках или местах стоков вакансий, например на границах зерен, концентрация дефектов вблизи границы может существенно отличаться от концентрации, существующей внутри зерен. Это приводит к образованию объемно-заряженного или дефектного слоя, существование которого предполагается на поверхности ионных кристаллов [142]. Поэтому можно считать, что эффективная ширина границы зерен в керамических материалах включает как область сочленения между двумя смежными кристаллическими решетками, так и объемнозаряженные участки на каждой стороне истинной границы зерен. Этот эффект может быть еще более усилен присутствием примесей, сегрегированных на границе зерна или вблизи нее. Для металлов  $d_{gb}$  обычно принимают равным  $\sim 2b$ , но что касается керамических материалов, то имеются подтверждающие повышенного коэффициента диффузии в намного более широких областях, примыкающих к границам зерен. Например, для керамики из  $Al_2O_3$  величина  $d_{gb}$ , полученная по данным о росте зерен и диффузии, составляет  $\sim 10^{-6}$  см, что примерно равно  $20b$ ; еще более высокое значение было получено для керамики из  $MgO$  и  $NaCl$  [143]. Существует и другая точка зрения, по которой граничная диффузия связана исключительно с диффузией по поверхности раздела, тогда как повышенный коэффициент диффузии, наблюдаемый вблизи границы, связан с диффузией в модифицированной кристаллической решетке.

Процессы ползучести Набарро—Херринга и Кобла протекают независимо один от другого (см. раздел 2.7.3), поэтому общую скорость ползучести определяют как сумму скоростей отдельных процессов:

$$\dot{\epsilon} = 28 \frac{D_I \mu b}{kT} \left( \frac{b}{G} \right)^2 \left( \frac{\sigma}{\mu} \right) \left[ 1 + 1,2 \frac{D_{gb}}{D_I} \left( \frac{d_{gb}}{G} \right) \right]. \quad (2.136)$$

Так как ползучесть Кобла зависит от размера зерен сильнее, чем ползучесть Набарро—Херринга и  $D_{gb}$  обычно составляет  $\sim 0,6D_I$ , то, по крайней мере в одноатомных веществах, диффузия вакансий через границы зерен облегчается в образцах с очень небольшим размером зерна и при сравнительно низких температурах (обычно  $< 0,6T_m$ )<sup>1</sup>.

Как видно из уравнения (2.136), характер обоих процессов ползучести соответствует вязкому ньютоновскому течению. Однако соотношение для ползучести Набарро—Херринга было выведено при допущении, что границы зерен действуют как совершенные источники и места стоков вакансий. Если этого не наблюдается и скорость испускания и поглощения вакансий на границах зерен меньше, чем скорость их диффузии через зерна, то значение показателя степени обратной величины размера зерна в уравнении (2.132) уменьшается до 1. В этом случае имеет место пороговое напряжение, эквивалентное бингамовскому течению<sup>2</sup>. При некоторых обстоятельствах это может привести к увеличению показателя степени при напряжении до 2 при самых низких уровнях напряжения [144—146].

Применение теории к керамическим материалам. Теории диффузионной ползучести первоначально были разработаны для одноатомных кристаллов. Однако предложенные механизмы применимы и к керамическим материалам, если в диффузионном процессе участвуют как катионы, так и анионы и если в установившемся режиме общий поток из двух компонентов соответствует стехиометрическому отношению. Для ионного соединения типа  $A_\alpha B_\beta$ , в котором валентности компонентов  $A$  и  $B$  составляют соответственно  $\beta+$  и  $\alpha-$ , уравнения (2.132) и (2.134) справедливы, когда ионы обоих видов диффундируют по одному и тому же пути и когда

$$V_a = V_M'(\alpha + \beta), \quad (2.137)$$

а  $D_I$  и  $D_{gb}$  заменены эффективными коэффициентами диффузии, соответственно  $D_{eff}(l)$  и  $D_{eff}(gb)$ . Эти коэффициенты определяют по уравнениям

$$D_{eff}(l) = [(\alpha + \beta) D_A(l) D_B(l)] / (\beta D_A(l) + \alpha D_B(l)), \quad (2.138)$$

$$D_{eff}(gb) = [(\alpha + \beta) D_A(gb) D_B(gb)] / (\beta D_A(gb) + \alpha D_B(gb)), \quad (2.139)$$

<sup>1</sup> Ниже показано, что в материалах с преобладанием ионной связи возможны противоположные условия.

<sup>2</sup> Если скорость ползучести пропорциональна величине  $(\sigma - \sigma_t)^\eta$  ( $\sigma_t$  — пороговое напряжение, ниже которого нет пластического течения), то бингамовское твердое тело характеризуется значениями  $\eta = 1$  и  $\sigma_t > 0$ .

где  $D_{A(l)}$  и  $D_{A(gb)}$  — коэффициенты диффузии иона  $A^{\beta+}$  соответственно в кристаллической решетке и по границам зерен, а  $D_{B(l)}$  и  $D_{B(gb)}$  — коэффициенты диффузии в кристаллической решетке и по границам зерен для иона  $B^{\alpha-}$  [147]. Поэтому, когда  $D_A \gg D_B$ , скорости диффузионной ползучести подчиняются уравнениям (2.132) и (2.134) при  $V_a = V_M/\beta$ ,  $D_l = D_{B(l)}$  и  $D_{gb} = D_{B(gb)}$ . Более сложные соотношения получены для керамических материалов, содержащих неравномерную концентрацию примесных ионов в твердом растворе [148].

В общем случае два вида ионов могут диффундировать по различным путям [149, 150], и тогда уравнение (2.136) примет вид

$$\dot{\epsilon} = 28 (D_{compl} \mu b / kT) (b/G)^2 (\sigma/\mu)^*. \quad (2.140)$$

Величину  $D_{compl}$  определяют как

$$D_{compl} = \frac{(1/\alpha) [D_{A(l)} + 1,2D_{A(gb)} (d_{gbA}/G)]}{1 + \left(\frac{\beta}{\alpha}\right) \frac{[D_{A(l)} + 1,2D_{A(gb)} (d_{gbA}/G)]}{[D_{B(l)} + 1,2D_{B(gb)} (d_{gbB}/G)]}}, \quad (2.141)$$

где  $d_{gbA}$  и  $d_{gbB}$  — значения эффективной ширины межзеренной границы соответственно для ионов  $A^{\beta+}$  и  $B^{\alpha-}$  \*\*.

В зависимости от относительных величин коэффициентов диффузии в решетке и по границам зерен для ионов  $A$  и  $B$  уравнения (2.140) и (2.141) приводят к четырем различным типам поведения при ползучести (табл. 6). Как указывалось, наблюдаемые скорости ползучести определяются движением более медленно диффундирующих объектов по пути наиболее быстрой диффузии.

Для материалов с очень малым размером зерен, испытанных при низких гомологических температурах ( $\sim 0,5T_m$ ), скорость процесса контролируется ползучестью Кобла (табл. 6, тип I). В этом случае скорость ползучести для таких керамических материалов, как  $Al_2O_3$ ,  $MgO$  и  $NaCl$ , определяется коэффициентом диффузии катионов по границам зерен. При больших размерах зерна и высоких температурах <sup>1</sup> скорость контролируется ползучестью Набарро—Херринга, обычно управляемой диффузией по кристаллической решетке (табл. 6, тип II). Кроме того, существуют еще два дополнительных типа поведения при ползучести, которые можно наблюдать при промежуточных размерах зерен и умеренных температурах. В зависимости от относительных вели-

\* Сходный метод был также разработан и для данных по спеканию [151].

\*\* Для таких материалов, как  $BeO$ ,  $MgO$  и  $NaCl$ , уравнение (2.141) упрощается, так как  $\alpha = \beta = 1$ .

<sup>1</sup> Понятия «малый» и «большой» размер зерна (и «низкая», и «высокая» температура) используются в качественном смысле, чтобы показать значение уменьшения или увеличения среднего размера зерна (или температура испытания) в режиме диффузионной ползучести. При достаточно больших размерах зерен и высоких напряжениях граничные механизмы не имеют значения и поведение материала полностью контролируется решеточными механизмами (см. раздел 2.7.2).

## ХАРАКТЕР ДИФфуЗИОННОЙ ПОЛУЧЕСТИ В КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Тип поведения	Условия эксперимента		Соотношение коэффициентов диффузии	Значение $D_{собр}$	Механизм ползучести
	размер зерна $G$	температура $T$			
I	Малый или средний	Низкая или умеренная	$D_A(t) < 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)$ $D_B(t) < 1,2 D_B(gb) \left( \frac{d_{gbB}}{G} \right)$	$\frac{\left( \frac{1}{\alpha} \right) 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)}{1 + \left( \frac{\beta}{\alpha} \right) \frac{d_{gbA} D_A(gb)}{d_{gbB} D_B(gb)}}$	Кобла *1
II	Большой или средний	Высокая или умеренная	$D_A(t) \gg 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)$ $D_B(t) \gg 1,2 D_B(gb) \left( \frac{d_{gbB}}{G} \right)$	$\frac{\left( \frac{1}{\alpha} \right) D_A(t)}{1 + \left( \frac{\beta}{\alpha} \right) \frac{D_A(t)}{D_B(t)}}$	Набарро—Херринга **2
III	Средний	Умеренная	$D_A(t) \gg 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)$ $D_B(t) < 1,2 D_B(gb) \left( \frac{d_{gbB}}{G} \right)$	$\frac{\left( \frac{1}{\alpha} \right) D_A(t)}{1 + \left( \frac{\beta}{\alpha} \right) \frac{D_A(t)}{1,2 D_B(gb) \left( \frac{d_{gbB}}{G} \right)}}$	Набарро—Херринга (a) или Кобла (б) **3
IV	Средний	Умеренная	$D_A(t) < 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)$ $D_B(t) \gg 1,2 D_B(gb) \left( \frac{d_{gbB}}{G} \right)$	$\frac{\left( \frac{1}{\alpha} \right) 1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)}{1 + \left( \frac{\beta}{\alpha} \right) \frac{1,2 D_A(gb) \left( \frac{d_{gbA}}{G} \right)}{D_B(t)}}$	Набарро—Херринга (с) или Кобла (б) **4

\*1 Для  $Al_2O_3$ , MgO и NaCl  $d_{gbA} D_A(gb) < d_{gbB} D_B(gb)$ . Следовательно, в этих системах ползучесть Кобла\* контролируется диффузией катионов по границам зерен.

\*\*2 Обычно  $D_A(t) \gg D_B(t)$ , поэтому ползучесть Набарро—Херринга контролируется диффузией анионов в кристаллической решетке.

\*\*3 При  $(\beta/\alpha) D_A(t) < 1,2 D_B(gb) (d_{gbB}/G)$  наблюдается ползучесть Набарро—Херринга, контролируемая диффузией катионов в кристаллической решетке (a); при  $(\beta/\alpha) D_A(t) \gg 1,2 D_B(gb) (d_{gbB}/G)$  — ползучесть Кобла, контролируемая диффузией анионов по границе зерен (б).

\*\*4 При  $(\beta/\alpha) 1,2 D_A(gb) (d_{gbA}/G) \gg D_B(t)$  наблюдается ползучесть Набарро—Херринга, контролируемая диффузией анионов в решетке (a); при  $(\beta/\alpha) 1,2 D_A(gb) (d_{gbA}/G) < D_B(t)$  — ползучесть Кобла, контролируемая диффузией катионов по границам зерен (б).

чин  $D_{(1)}$  и  $D_{(gb)}$  ( $d_{gb}/G$ ) эти типы поведения приводят или к ползучести Набарро—Херринга, или к ползучести Кобла при контроле либо катионной, либо анионной диффузией (табл. 6, типы III и IV). Эти последние два типа поведения имеют особое значение по двум причинам. Во-первых, они представляют такие условия эксперимента по температуре и размеру зерна, которые часто встречаются на практике. Во-вторых, с увеличением размера зерен при постоянной температуре и с увеличением температуры при постоянном размере зерна они приводят к переходу от ползучести Набарро—Херринга к ползучести Кобла<sup>1</sup>. Этот переход, следовательно, противоречит общепринятому критерию появления ползучести Кобла в одноатомных системах.

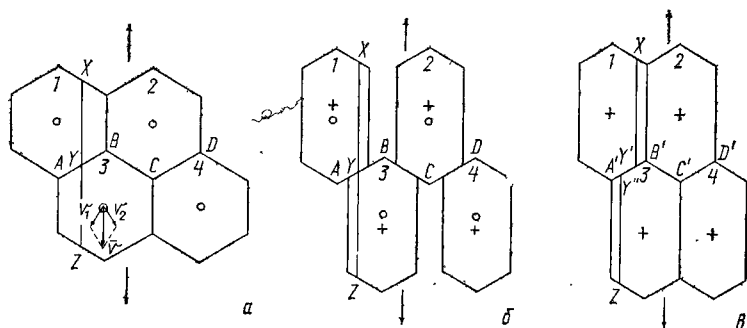


Рис. 118. Схема относительного смещения зерен вследствие диффузионного потока вакансий и вызванного им течения вещества

**Х а р а к т е р о т н о с и т е л ь н о г о с м е щ е н и я з е р е н .** Вследствие диффузионного потока вакансий и вызванного им течения вещества происходит удлинение зерен. Поэтому возникает необходимость в относительном смещении смежных зерен, с тем чтобы сохранить сплошность образца [152]. Это смещение не сразу можно отличить от перемещения, происходящего вследствие проскальзывания по границам зерен, аккомодированного пластическим течением [133].

Необходимость относительного смещения зерен можно понять из рассмотрения четырех гексагональных зерен, находящихся под действием растягивающего напряжения, как показано на рис. 118, а. Кружки внутри зерен обозначают центры диффузии, где градиент концентрации вакансий равен нулю. В результате нарастания вещества вдоль границы  $BC$  в диффузионном центре зерна 3 возникает вектор скорости  $v_1$ . Подобным же образом вследствие нарастания вещества на границе  $AB$  возникает вектор скорости  $v_2$ , поэтому в данном симметричном случае диффузионный центр зерна 3 удаляется от точки  $B$  (тройного стыка зерен) параллельно

<sup>1</sup> Эта тенденция возникает потому, что при увеличении температуры возрастает значимость  $D_{(1)}$  по сравнению с  $D_{(gb)}$ .

оси растяжения со скоростью  $\dot{\epsilon}$ . Подобное смещение происходит также и в других зернах, так что при отсутствии какого-либо их относительного смещения они становятся удлиненными и принимают положение, показанное на рис. 118, б. Здесь новые места диффузионных центров отмечены крестиками. На практике, однако, представленная на рис. 118, б картина не реализуется, потому что в таком случае потерялась бы сплошность и, следовательно, образовались бы трещины вдоль границ, параллельных оси растяжения. Так как в процессе диффузионной ползучести сплошность сохраняется, то зерна движутся одно относительно другого, образуя конфигурацию, показанную на рис. 118, в. Продольная маркерная линия  $XYZ$ , нанесенная на поверхность образца перед испытанием на ползучесть, разделяется поэтому на два отрезка  $XY'$  и  $Y''Z$  вследствие появления диффузионной ползучести Набарро—Херринга или Кобла, или обеих вместе.

Время от времени предпринимались попытки разделить суммарную деформацию, наблюдаемую при диффузионной ползучести, на деформацию  $\epsilon_d$  вследствие диффузии вакансий и деформацию  $\epsilon_{gm}$  из-за относительного смещения зерен и рассчитать относительные величины  $\epsilon_d$  и  $\epsilon_{gm}$  [153, 154]. Такого рода расчеты некорректны, так как величины зависят исключительно от методов определения  $\epsilon_d$  и  $\epsilon_{gm}$ . Наиболее приемлем принцип, согласно которому  $\epsilon_{gm}$  является общей осевой деформацией и  $\epsilon_d = 0$  [140].

Уравнения (2.132) и (2.134) для диффузионной ползучести связывают скорость деформации  $\dot{\epsilon}$  с постоянным размером зерна  $G$ . Однако в реальных условиях (см. рис. 118) в результате движения атомов в процессе ползучести зерна становятся удлиненными. Это увеличивает эффективную длину пути для диффузии и тем самым уменьшает скорость ползучести. Для полигональных зерен, испытанных при осевом растяжении в условиях, когда нет ни рекристаллизации, ни миграции межзеренных границ, расчеты показывают, что с увеличением деформации ее скорость медленно снижается, тогда как при осевом сжатии «квазиустановившееся состояние» сохраняется вплоть до уменьшения длины зерен приблизительно вдвое [155]. Вероятно, в реальных условиях конечный размер зерна зависит как от диффузионной ползучести; вызывающей удлинение зерен, так и от процессов миграции границ и рекристаллизации, сдерживающих удлинение [156]. Поскольку конечный установившийся размер зерна, полученный в этих условиях, может зависеть, по крайней мере частично, от величины приложенного напряжения, то ползучесть Набарро—Херринга при очень больших деформациях не обязательно будет носить характер ньютоновского вязкого течения. Тем не менее, при использовании уравнений (2.132) и (2.134) для небольших деформаций с достаточной точностью можно за начальный размер зерна принимать величину  $G$ , а течение считать ньютоновским вязким.

2. *Проскальзывание по границам зерен. Смещение зерен, полностью или частично аккомодированное пластическим течением.*

Проскальзывание по границам зерен имеет важное значение как деформационный процесс при высокотемпературной ползучести, потому что оно приводит к преждевременному и катастрофическому межзеренному разрушению материала. Однако точный механизм проскальзывания еще не вполне ясен. При разработке модели проскальзывания применяли два различных метода.

Первый метод включает два допущения. По первому считают, что граница состоит из слоя толщиной  $d_{gb} = 2b$ , который скользит в ньютоновском вязком режиме. Тогда выражение для скорости проскальзывания по плоской границе  $\dot{\gamma}_{gb}$  получают преобразованием уравнения (2.131):

$$\dot{\gamma}_{gb} = 16 (D_{gb} \mu b / kT) (b/G) (\tau/\mu). \quad (2.142)$$

Если граница не является атомно плоской, то уравнение (2.142) заменяют более общим выражением:

$$\dot{\gamma}_{gb} = 16 (D_{gb} \mu b / kT) (b/d_l)^2 (b/G) (\tau/\mu), \quad (2.143)$$

где  $d_l$  — высота выступов границы или амплитудное отклонение от плоской поверхности. По второму допущению считают, что проскальзывание полностью аккомодируется внутри зерен согласно степенному закону ползучести и описывается выражением

$$\dot{\epsilon} = B_2 (D_l \mu b / kT) (\sigma/\mu)^n. \quad (2.144)$$

Используя уравнения (2.143) и (2.144), можно моделировать деформационный процесс с помощью метода конечных элементов [157]. Кроме того, можно допустить, что уравнения (2.143) и (2.144) представляют последовательные процессы (см. раздел 2.7.3), и тогда эти соотношения могли бы быть применены непосредственно к экспериментальным данным [158].

Второй метод допускает, что проскальзывание по границам зерен носит характер неньютоновского течения и, так как проскальзывание часто связано с образованием пустот по границам и трещин в точках тройного стыка зерен, оно не аккомодируется или аккомодируется только частично пластическим течением в зоне, примыкающей к границам. Обзор многочисленных экспериментальных данных позволяет предположить, что проскальзывание по границам зерен непосредственно включает в себя движение граничных дислокаций [159]. Так как было установлено, что проскальзывание является главным образом высокотемпературным механизмом [160], то этот процесс был интерпретирован исходя из движения дислокаций по границам или по соседству с ними при сочетании скольжения и переползания [161]. Для процесса этого типа скорость установившейся ползучести определяют по уравнению [162]

$$\dot{\epsilon} = B_3 (D_l \mu b / kT) (b/G) (\sigma/\mu)^2, \quad (2.145)$$

где  $B_3$  — константа, близкая к единице, а коэффициент  $D$  связан с  $D_i$  или  $D_{gb}$  в зависимости от диффузионного пути вакансий, вовлеченных в процесс переползания. Эксперименты, проведенные на металлах, позволяют предположить, что величина  $D$  весьма близка к  $D_i$ . Анализ результатов экспериментов с металлами дает значения показателя степени при напряжении  $\sim 2,4$ , а при величине, обратной размеру зерна,  $\sim 1$  [134, 163], что удовлетворительно согласуется с уравнением (2.145).

### Решеточные механизмы

*Скольжение и переползание дислокаций, контролируемые переползанием.* В теории установившейся ползучести, основанной на процессе переползания дислокаций, сделано допущение, что дислокационные петли исходят от практически равномерно распределенных источников дислокаций (например, источников Франка—Рида). В то время как винтовые дислокации противоположных знаков легко могут осуществлять поперечное скольже-

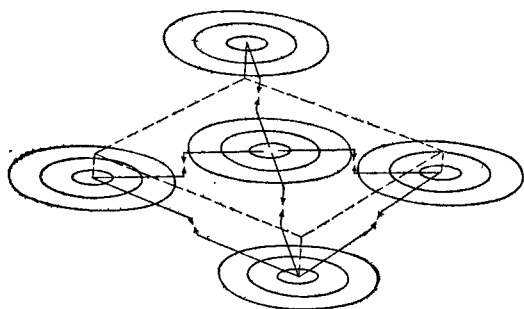


Рис. 119. Образование и аннигиляция дислокаций от различных источников

ние и взаимно аннигилировать, движение ведущей краевой дислокации от каждого источника быстро блокируется в результате взаимодействия с дислокацией противоположного знака на смежной плоскости. В этом случае образуется плоское скопление дислокаций, так как они непрерывно выпускаются из источников, а исходное напряжение у источников ослабляется за счет переползания и последующей аннигиляции основных краевых дислокаций в каждой паре. Это дает возможность каждому источнику генерировать дополнительную дислокацию, так что процесс непрерывно повторяется. Это положение иллюстрируется схемой на рис. 119.

При допущении, что дислокации являются эффективными поглотителями или испускателями вакансий, измеренная скорость установившейся ползучести описывается выражением [164]

$$\dot{\epsilon} = \frac{\pi^2 \sigma^2 D_I}{\mu^2 b^2} \sinh \left[ \frac{3^{0,5} \sigma^2 b^{1,5}}{8 \mu^{1,5} N_d^{0,5} k T} \right] \quad (2.146)$$



где  $N_d$  — число источников активных дислокаций в  $1 \text{ см}^3$  \*.

За исключением очень высоких уровней напряжения, когда аргумент функции  $\sinh$  в уравнении (2.146) больше единицы, уравнение (2.146) сводится к уравнению степенного закона ползучести

$$\dot{\epsilon} = (B_4 \sigma^{4,5} / \mu^{3,5} N_d^{0,5} b^{0,5} kT) D_t, \quad (2.147)$$

где  $B_4$  — константа, равная  $3(6)^{0,5} \pi^2 / 2^5 \approx 2,3$ .

Проблема, связанная с моделями, включающими плоское скопление и последующее переползание дислокаций, состоит в том, что, как показывают расчеты, ряды из скоплений дислокаций противоположных знаков на смежных плоскостях нестабильны и распадаются на группы дислокационных диполей или мультиполей [165, 166].

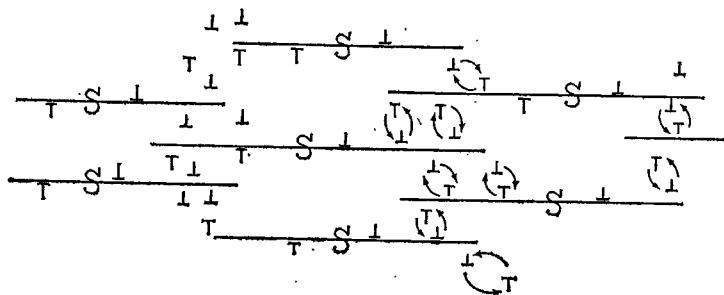


Рис. 120. Переползание дислокаций с участием диполей (S — источник дислокаций)

Скорость установившейся ползучести, обусловленной переползанием дислокаций с участием диполей (рис. 120), описывается соотношением [167]

$$\dot{\epsilon} = (B_5 V_a \sigma^{4,5} / \mu^{3,5} N_d^{0,5} b^{3,5} kT) D_t, \quad (2.148)$$

где  $B_5$  — константа, значение которой зависит от того, насколько точно построена модель. Так как  $V_a \approx 0,7b^3$ , то уравнение (2.148) по форме подобно уравнению (2.147) с той лишь разницей, что величина  $B_5$  составляет 0,015—0,33 [168].

Если допустить, что плотность активных источников не зависит от напряжения, то по теории ползучести, основанной на переползании дислокаций и представленной уравнениями (2.147) и (2.148), скорость ползучести будет пропорциональна напряжению в степени 4,5. Однако, если величина  $N_d = \rho_t / d_{dn}$ , где  $d_{dn}$  примерно равняется длине источника Франка—Рида, то, поскольку  $\rho_t \approx 1/d_{dn}^2$  и подчиняется уравнению <sup>1</sup> [169]

$$\rho_t \approx (\sigma / \mu b)^2, \quad (2.149)$$

\* Подлинная формула в работе [164] связывает скорость деформации сдвига  $\dot{\epsilon}$  напряжением сдвига, а уравнение (2.146) получено здесь подстановкой соотношений  $\dot{\gamma} = 3\epsilon/2$  и  $\tau = \sigma/2$ .

<sup>1</sup> Применение этого соотношения к керамическим материалам обосновано в разделе 2.7.5.

величина  $N_d$  пропорциональна отношению  $(\sigma/\mu b)^3$  и показатель степени при напряжении в уравнениях (2.147) и (2.148) будет равен 3 [168].

Модели, которые основаны на скольжении и переползании дислокаций, критикуются еще и в связи с тем, что в образцах, испытанных при установившейся ползучести, ряды из плоских скоплений обычно не наблюдаются. Были предложены три возможных объяснения этого явного парадокса [168]:

1. Прямолинейным дислокациям при высоких температурах свойственна нестабильность, так что плоские скопления выродились бы в сплетения дислокаций.

2. При дополнительно наложенном поле внутреннего колеблющегося напряжения, вызванного, например, наличием субзеренных границ, крупные плоские скопления будут распадаться на более мелкие, которые ошибочно могут быть приняты за обычные дислокации внутри субзерна.

3. Уровень напряжения, используемый в экспериментах по ползучести, слишком низок, чтобы давать плоские скопления из большого числа дислокаций, и, кроме того, возможна релаксация скопления во время разгрузки образца.

*Скольжение и переползание дислокаций, контролируемое скольжением.* Изложенные выше в общих чертах теории ползучести вследствие переползания дислокаций представляют механизм, при котором деформация создается скольжением дислокаций, но скорость процесса контролируется скоростью переползания. Однако, если дислокации при скольжении испытывают вязкостное сопротивление, то скорость скольжения может стать меньше скорости переползания. В таком случае скорость установившейся ползучести определяется по уравнению [170]

$$\dot{\epsilon} \approx \pi (1 - \nu) \sigma^3 / b B'_1 \mu^2, \quad (2.150)$$

где  $B'_1$  — константа, значение которой зависит от характера процесса вязкостного сопротивления.

Существует несколько различных процессов вязкостного сопротивления, протекание которых может затормозить скольжение дислокаций [171]; одним из таких процессов является сегрегация растворенных атомов на движущихся дислокациях с образованием атмосфер примесей. В этом случае значение  $B'_1$  в уравнении (2.150) определяют по формуле [172]

$$B'_1 \approx (\Delta d_s)^2 C_{so} b^5 \mu / k T D_g. \quad (2.151)$$

Следовательно, скорость ползучести в процессе скольжения и переползания, контролируемом скоростью скольжения, описывается уравнением

$$\dot{\epsilon} \approx [\pi (1 - \nu) k T D_g / 6 (\Delta d_s)^2 C_{so} b^5 \mu] (\sigma / \mu)^3. \quad (2.152)$$

*Распад дислокационных петель.* С помощью просвечивающей электронной микроскопии было установлено, что некоторые

пластически деформируемые материалы, включая MgO [173], могут образовывать дислокационные диполи из ступенек на винтовых дислокациях. Кроме того, было установлено, что удлиненные диполи распадаются на ряды округлых петель. Известно, что образование петель вызывает упрочнение материала, поэтому можно предположить, что процесс возврата при установившейся ползучести обусловлен исчезновением этих петель в результате диффузии вакансий [174]. На основании этих наблюдений была разработана теория дислокационной ползучести.

Скорость установившейся ползучести, обусловленной распадом дислокационных петель, определяют по уравнению<sup>1</sup>

$$\dot{\epsilon} = \frac{B_6(1-\nu)Z_0\sigma^4 D_l}{\dot{N}_{dp} d_{dp} \mu^3 b k T} \times \ln \left( \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)\sigma r_d} \right), \quad (2.153)$$

где  $B_6$  — константа, равная  $\sim 5\pi$ .

Более поздняя модификация этого уравнения дана в работе [176]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{B_6(1-\nu)\omega_2 Z_0 \sigma^4 D_l}{\omega_1^2 \dot{N}_{dp} d_{dp} \mu^3 b k T} \times \ln \left( \frac{\omega_1 \mu b}{8\pi(1-\nu)\sigma r_d} \right), \quad (2.154)$$

где  $\omega_1$  и  $\omega_2$  — соответственно доля максимально допустимой высоты диполя, эквивалентная среднему радиусу петли, и доля общей плотности дислокаций в виде диполей.

На основании данного механизма показатель степени при напряжении поэтому должен быть равен 4.

*Переползание дислокаций из источников Бардина—Херринга.* Другая теория ползучести, обусловленной переползанием дислокаций, которая не связана с образованием групп скоплений, может быть получена, исходя из рассмотрения строя дислокаций и системы напряжений (рис. 121). Предполагают, что длина звена в этой дислокационной сетке лишь незначительно больше критической длины, требуемой при приложенном напряжении для непрерывной работы источников Бардина—Херринга. Эта работа связана с переползанием дислокаций [177]. При таком механизме допускается, что скольжение дислокаций не вносит никакого вклада в деформацию ползучести, а переползание происходит

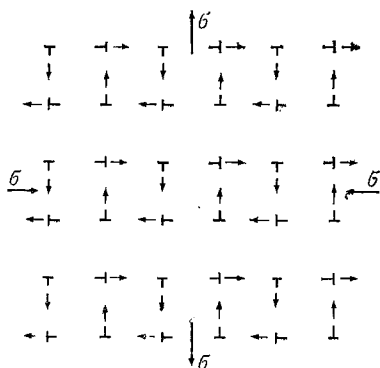


Рис. 121. Двумерный срой краевых дислокаций. Под действием приложенного напряжения дислокации переползают в направлениях, указанных стрелками

<sup>1</sup> Уравнение (2.153) несколько отличается от формулы, данной в первоисточнике [175], вследствие подстановки соотношения  $\dot{N}_{dp} = \rho_l / 2d_{dp}$  (где  $\dot{N}_{dp}$  — число диполей в единице объема) и использования уравнения (2.149).

вследствие потока вакансий между дислокациями. Следовательно, этот процесс аналогичен ползучести Набарро—Херринга [см. уравнение (2.132)]. Плотность дислокаций возрастает в результате действия источников Бардина—Херринга и уменьшается, когда дислокации противоположных знаков переползают одна навстречу другой и аннигилируются.

Считая внутреннее напряжение постоянным и принимая во внимание, что дислокации действуют в качестве источников и мест стока вакансий, протекающих в решетке, скорость ползучести выражают как [178]

$$\dot{\epsilon} = [b\sigma^3/\pi\mu^2kT \ln(4\mu/\pi\sigma)] D_I, \quad (2.155)$$

Несколько иная формулировка этой же модели приводит к соотношению [167]

$$\dot{\epsilon} = (B_7\pi V_a\sigma^3/b^2\mu^2kT) D_I, \quad (2.156)$$

где  $B_7$  — константа, равная  $\sim 0,1$ . Уравнение (2.156) дает для скорости ползучести величину, почти на порядок выше, чем уравнение (2.155). Поэтому на основании данного механизма показатель степени при напряжении должен быть равен 3.  $\star$

При более низких температурах, когда диффузия происходит преимущественно по ядрам дислокаций, скорость ползучести определяют по уравнению [178]

$$\dot{\epsilon} = (B_8b\sigma^5/\pi^4\mu^4kT) D_c, \quad (2.157)$$

где  $B_8$  — константа, равная  $\sim 4$ .

*Неконсервативное движение ступенчатых винтовых дислокаций.* Во время скольжения винтовой дислокации ступеньки на линии дислокации могут продвигаться только благодаря неконсервативным испусканию или абсорбции вакансий<sup>1</sup>. Поэтому был разработан механизм ползучести, основанный на неконсервативном движении винтовых дислокаций, содержащих конечное число единичных ступенек одного знака. Как показывает теория, винтовые дислокации, вызывающие скольжение, должны содержать избыток ступенек, абсорбирующих вакансии [179, 180]. В этих условиях скорость установившейся ползучести определяется уравнением вида [181]

$$\dot{\epsilon} = B_9\rho_{ms}D_I[1 - \exp(-\sigma b^2d_j/2kT)], \quad (2.158)$$

где  $B_9$  — константа, равная  $\sim 3\pi$ . Если допустить, что величина  $d_j$  независима от напряжения и деформации и что уравнение (2.149) справедливо также и для  $\rho_{ms}$ , то в этом выражении показатель

<sup>1</sup> Ступеньки могут двигаться также и вследствие испускания или поглощения дефектов внедрения, однако этот процесс мало вероятен из-за весьма высокой энергии образования дефектов внедрения.

степени при напряжении будет равен 3 при низких уровнях напряжения, когда отношение  $\sigma b^2 d_j / 2kT$  мало <sup>1</sup>.

*Ползучесть Набарро—Херринга применительно к субзернам.* Описанный в общих чертах в данном разделе механизм Набарро—Херринга был разработан для решеточной диффузии вакансий между границами зерен. Если же имеет место диффузионный поток между малоугловыми границами субзерен, образующихся в процессе ползучести, и если к тому же допустить, что каждое место атома в решетке вдоль линий дислокаций в стенке субзерна является хорошим источником или местом стока вакансий, то выражение для скорости установившейся ползучести можно получить, записав уравнение (2.133) в следующем виде:

$$\dot{\epsilon} = 0,7 B_1 (D_l \mu b / kT) \times \\ \times (b/d_{sg})^2 (\sigma/\mu). \quad (2.159)$$

Обычно считают, что  $d_{sg}$  изменяется обратно пропорционально напряжению согласно уравнению <sup>2</sup>

$$d_{sg} \approx B_2 b (\mu/\sigma). \quad (2.160)$$

Таким образом, на основании уравнения (2.159) показатель степени при напряжении составляет 3, хотя он понизился бы до 1 в ситуации, когда величина  $d_{sg}$  была бы независимой от уровня напряжения.

Если дислокации, образующие стенки субзерен, не являются совершенными источниками и местами стока вакансий, то действительная скорость ползучести будет значительно ниже теоретической, получаемой по уравнению (2.159) [167].

*Переползание дислокаций в границах субзерен.* В вышерассмотренном механизме все дислокации в любой данной границе субзерен переползают в одном и том же направлении, а аннигиляция дислокаций происходит только в тройных стыках субзерен. Однако возможна ситуация, когда дислокации входят в границу субзерен с любой стороны (рис. 122). Если новая дислокация имеет тот же знак, что и дислокации, представляющие границу, то переползание идет таким образом, чтобы уравнивать расстояние между ними. В случае противоположного знака новой дислокации

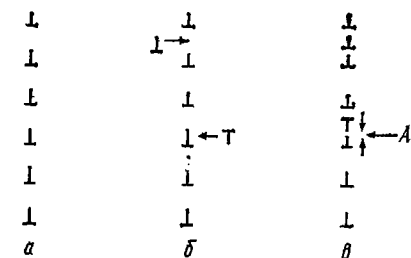


Рис. 122. Схема взаимодействия дислокаций на границе субзерна: а — типичная граница субзерна; б — вхождение дислокаций противоположных знаков в границу субзерна; в — перестройка и аннигиляция, вызванные присутствием новых дислокаций (А — аннигиляция после переползания)

<sup>1</sup> В первоисточнике [181] для напряжения получен показатель степени, равный 4, так как величина  $\rho_{ms}$  была принята пропорциональной  $\sigma^3$ .

<sup>2</sup> Анализ экспериментальных данных, полученных на ряде керамических материалов, показывает хорошее совпадение с уравнением (2.160); приближенные значения  $B_2$  составляют 50 для NaCl [182] и 25—55 для LiF [183] (см. раздел 2.7.5).

происходит ее аннигиляция с одной из дислокаций в границе субзерен (рис. 122, в).

Скорость ползучести для этого процесса определяется уравнением [168, 184]

$$\dot{\epsilon} = B_{10} (D_l \mu b / kT) (\sigma / \mu)^3, \quad (2.161)$$

где  $B_{10}$  — константа, равная  $\sim 0,1$ . Поэтому, согласно данному механизму, показатель степени при напряжении равен 3, а скорость ползучести независима от размера субзерен. Подобное же соотношение, но с  $B_{10} \approx 20$  получено для ситуации, когда группы дислокаций скапливаются напротив границ субзерен, а скорость ползучести обусловлена вползанием дислокаций в границы и их последующей перестройкой [168].

Уравнение (2.161) выведено исходя из допущения, что границы субзерен являются двумерными. Кроме того, был разработан механизм, основанный на предположении, что границы субзерен имеют конечную ширину  $d_w$ , величина которой не зависит от приложенного напряжения. Тогда уравнение для скорости ползучести примет вид [185]

$$\dot{\epsilon} = B_{10} (D_l \mu b / kT) (d_w / b) (\sigma / \mu)^4, \quad (2.162)$$

т. е. в этом случае показатель степени при напряжении возрастает до 4.

### 2.7.3. НЕЗАВИСИМЫЕ И ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНЫЕ МЕХАНИЗМЫ ПОЛЗУЧЕСТИ

В целях упрощения идентификации процесса, контролирующего скорость ползучести в конкретных условиях эксперимента, и имея в виду механизмы, рассмотренные в предыдущем разделе, следует отметить, что почти все они подчиняются следующему обобщенному уравнению скорости установившейся ползучести:

$$\dot{\epsilon} = \Theta (D_l \mu b / kT) (b / G)^{m_g} (\sigma / \mu)^n, \quad (2.163)$$

где  $m_g$  — показатель степени при величине, обратной размеру зерна, равный  $-(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln G)_{\sigma, T}$ ;  $n$  — показатель степени при напряжении, равный  $(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma)_{G, T}$ , и  $\Theta$  — безразмерная константа. Как уже указывалось, значение  $\Theta$  для ряда механизмов не является вполне определенным и зависит от конкретных допущений, принятых при различных методах анализа. В табл. 7 даны значения параметров  $m_g$ ,  $n$  и  $D$ , рассчитанные для различных механизмов, которые раскрывают следующие два основных различия между ними:

1. Решеточные механизмы являются внутризеренными, поэтому они не зависят от размера зерен, т. е.  $m_g = 0$ ; граничные же механизмы зависят от числа присутствующих в материале границ, и, следовательно, значение  $m_g$  этих механизмов отличается от нуля.

ТАБЛИЦА 7  
ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ЗНАЧЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ  $m_g$ ,  $\eta$  и  $D$   
ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ МЕХАНИЗМОВ ПОЛЗУЧЕСТИ

Механизмы ползучести	$m_g$	$\eta$	$D$
Граничный механизм:			
границы, содержащие вторую фазу . . . . .	1	1	$D_{ph}$
границы, не содержащие вторую фазу:			
ползучесть Набарро—Херринга *1 . . . . .	2	1	$D_l$
ползучесть Кобла . . . . .	3	1	$D_{gb}$
проскальзывание по границам зерен с пластическим течением:			
полностью аккомодированное *2 . . . . .	—	—	—
неаккомодированное *3 . . . . .	1	2	$D_l/D_{gb}$
Решеточный механизм:			
скольжение—переползание дислокаций, контролируемое переползанием *3 . . . . .	0	4,5 } 3 }	$D_l$
скольжение—переползание дислокаций, контролируемое скольжением . . . . .	0	3	$D_g$
распад дислокационных петель . . . . .	0	4	$D_l$
переползание дислокаций из источников Бардина—Херринга *4 . . . . .	0 0	3 5	$D_l$ $D_c$
неконсервативное движение ступенчатых винтовых дислокаций *5 . . . . .	0	3	$D_l$
ползучесть Набарро—Херринга на границах субзерен *6 . . . . .	0	3 1 }	$D_l$
переползание в границах субзерен *7 . . . . .	0	3 4 }	$D_l$

\*1 Эти значения могут изменяться на  $m_g = 1$  и  $\eta = 2$ , если скорость испускания или поглощения вакансий на границах зерен влияет на скорость процесса.

\*2 Проскальзывание по границам зерен, которое полностью аккомодируется пластическим течением, происходит при взаимодействии между ньютоновским вязким течением на границах ( $m_g = 1$ ,  $\eta = 1$ ,  $D = D_{gb}$ ) и ползучестью внутри зерен, подчиняющейся степенному закону ( $m_g = 0$ ,  $\eta = 5$ ,  $D = D_l$ ); общий поток при этом не определяется однозначными величинами  $m_g$ ,  $\eta$  и  $D$ .

\*3  $\eta = 4,5$ , если плотность активных источников дислокаций  $N_d$  не зависит от  $\sigma$ ;  $\eta = 3$ , если  $N_d$  пропорционально  $\sigma^2$ .

\*4  $\eta = 3$  и  $D = D_l$  для диффузии вакансий в кристаллической решетке;  $\eta = 5$  и  $D = D_c$  при диффузии вакансий вдоль ядер дислокаций.

\*5  $\eta = 3$ , если плотность подвижных винтовых дислокаций пропорциональна  $\sigma^2$ .

\*6  $\eta = 3$ , если средний размер субзерен  $d_{sg}$  пропорционален  $\sigma^{-1}$ ,  $\eta = 1$ , если  $d_{sg}$  не зависит от  $\sigma$ .

\*7  $\eta = 3$ , если границы субзерен приняты двумерными;  $\eta = 4$ , если границы субзерен имеют конечную ширину, которая не зависит от напряжения.

2. Для решеточных механизмов, как правило,  $\eta \geq 3^*$ , а для граничных механизмов  $\eta < 3$ .

Когда поведение материала при ползучести обусловлено двумя или более механизмами, измеряемая скорость ползучести зависит от характера взаимодействия между этими механизмами. Различают два типа поведения [186].

Когда различные механизмы действуют независимо один от другого, процессы называются независимыми и измеренная скорость ползучести выражается как

$$\dot{\epsilon} = \sum_j \dot{\epsilon}_j, \quad (2.164)$$

где  $\dot{\epsilon}$  — скорость ползучести для  $j$ -того процесса. Поэтому в поведении материала при ползучести доминирует наиболее быстросредействующий механизм.

Когда один процесс ползучести зависит от других таким образом, что действие одного является непременным условием действия других, такие процессы являются последовательными и измеренная скорость ползучести соответствует формуле

$$\dot{\epsilon} = 1 / \left[ \sum_j (1/\dot{\epsilon}_j) \right]; \quad (2.165)$$

Для ситуации, когда последовательно действуют только два механизма, уравнение (2.165) сводится к выражению

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_1 \dot{\epsilon}_2 / (\dot{\epsilon}_1 + \dot{\epsilon}_2), \quad (2.166)$$

где  $\dot{\epsilon}_1$  и  $\dot{\epsilon}_2$  — соответствующие скорости ползучести для двух процессов. В этом случае в поведении материала при ползучести доминирует наиболее медленный механизм.

На рис. 123 представлены зависимости  $\dot{\epsilon}$  от  $\sigma$  при двух температурах  $T_1$  и  $T_2$  ( $T_2 > T_1$ ) для двух независимых механизмов с показателями степени при напряжении  $\eta_1$  и  $\eta_2$  ( $\eta_2 > \eta_1$ ) и энергиями активации  $Q_1$  и  $Q_2$ . В каждом случае показатель  $\eta_2$  в 2 раза больше, а  $\eta_1$  в 2 раза меньше условной единицы, как показано на масштабных треугольниках. В точках перехода скорости обоих процессов равны. Пунктирные линии представляют собой графические экстраполяции зависимости  $\sigma(T)$  для участков с преобладанием различных процессов. Из рис. 123 видно, что для независимых процессов механизм с меньшим показателем степени при напряжении доминирует при низких уровнях напряжения, тогда как механизм с более высоким показателем степени при напряжении доминирует при высоких уровнях напряжения.

\* Исключение составляет ползучесть Набарро—Херринга на границах субзерен, когда их средний размер не зависит от уровня напряжения; однако экспериментальные данные показывают, что такая ситуация маловероятна.



Зависимость  $\sigma(T)$  можно использовать для получения информации об энергиях активации, связанных с режимами высокого и низкого напряжения. При  $Q_1 < Q_2$  (рис. 123, а) напряжение перехода уменьшается с ростом температуры. Когда  $Q_1 = Q_2$  (рис. 123, б) также наблюдается ее небольшое уменьшение, которое возникает из-за введения в уравнение (2.163) величины  $1/\mu\eta^{-1}$

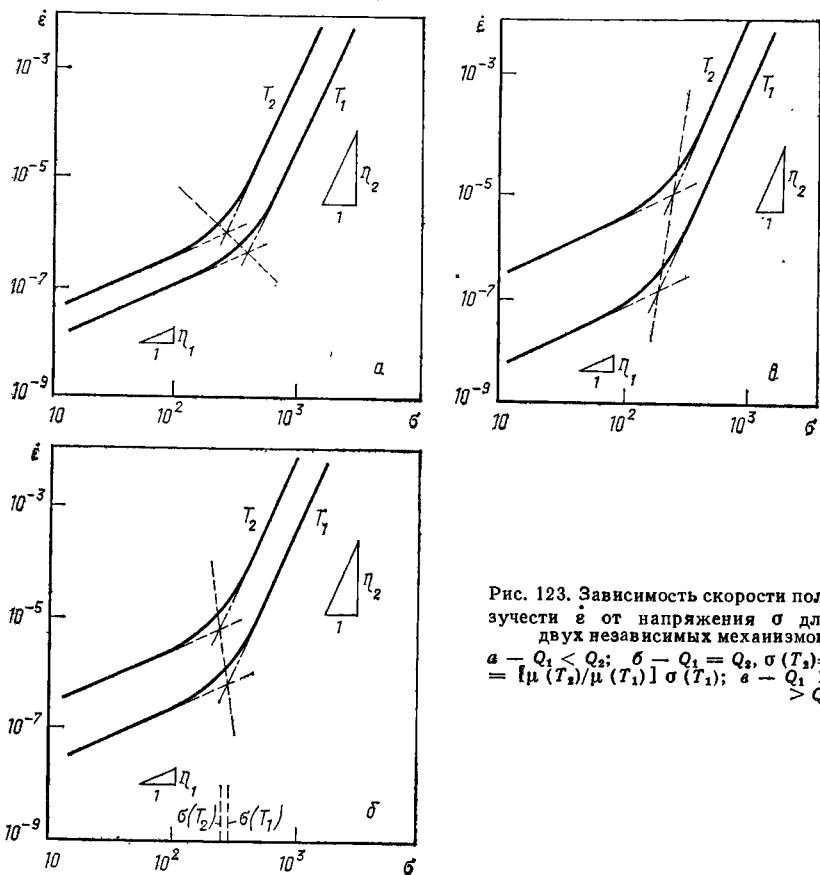


Рис. 123. Зависимость скорости ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для двух независимых механизмов; а —  $Q_1 < Q_2$ ; б —  $Q_1 = Q_2$ ,  $\sigma(T_2) = [\mu(T_2)/\mu(T_1)] \sigma(T_1)$ ; в —  $Q_1 > Q_2$

и вследствие того, что производная  $\partial\mu/\partial T$  отрицательна. При  $Q_1 = Q_2$   $\sigma(T_2)$  и  $\sigma(T_1)$  связаны соотношением [187]

$$\sigma(T_2) = [\mu(T_2)/\mu(T_1)] \sigma(T_1), \quad (2.167)$$

где  $\mu(T_1)$  и  $\mu(T_2)$  — значения модуля сдвига соответственно при  $T_1$  и  $T_2$ . При  $Q_1 > Q_2$  (исключая случаи, когда  $Q_1$  лишь незначительно больше, чем  $Q_2$ ) напряжение перехода возрастает с увеличением температуры (рис. 123, в).

На рис. 124 представлена зависимость  $\dot{\epsilon}$  ( $\sigma$ ) для двух последовательных процессов при  $Q_1 = Q_2$ . В этом случае при самых

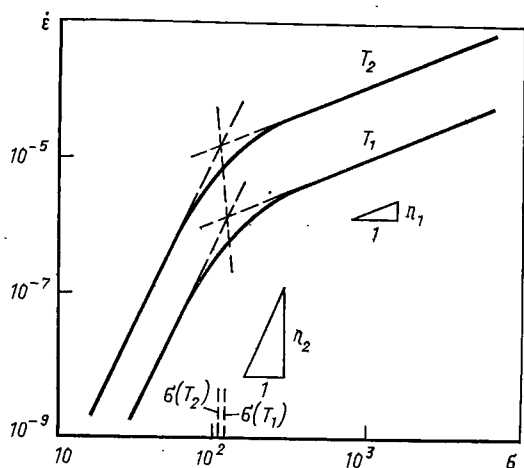


Рис. 124. Зависимость скорости ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для двух последовательных механизмов при  $T_1 < T_2$ ,  $\eta_1 < \eta_2$ ,  $Q_1 = Q_2$ ;  
 $\sigma(T_2) = [\mu(T_2)/\mu(T_1)] \times \sigma(T_1)$

низких уровнях напряжения всегда доминирует механизм с более высоким значением  $\eta$ . Изменение напряжения перехода с температурой такое же, как и в случае двух независимых механизмов.

#### 2.7.4. ИДЕНТИФИКАЦИЯ МЕХАНИЗМА, КОНТРОЛИРУЮЩЕГО СКОРОСТЬ ПОЛЗУЧЕСТИ

##### *Прямое сравнение с теоретическими скоростями ползучести*

Редко представляется возможным провести строгое сравнение измеренных скоростей ползучести с различными теоретическими скоростями, предопределенными механизмами, которые описаны в разделе 2.7.2. В константу  $\Theta$  некоторых уравнений ползучести типа (2.163) входит, по меньшей мере, одна недостаточно точная величина (например, число активных источников дислокаций или эффективная ширина межзеренной границы при усиленной диффузии). Следует также отметить, что значение  $D$  всегда определяют с некоторой погрешностью.

Тем не менее, с известными допущениями часто можно провести весьма полезное сравнение расчетных и экспериментальных значений скоростей ползучести. На рис. 125 показан пример такого сравнения для образцов из номинально плотного поликристаллического оксида магния, испытанных на ползучесть в процессе сжатия при  $1200^\circ \text{C}$  [188]. Значение  $D_i$  взято для примесной диффузии иона  $\text{O}^{2-}$ . Кривая II получена в результате решения уравнения (2.147) и оценки не зависящей от напряжения

величины  $N_g$ ; кривые *III* и *IV* получены соответственно по уравнениям (2.155) и (2.156); кривые *V* и *VI*, соответствующие двум наименьшим размерам зерна, были рассчитаны для ползучести Набарро—Херринга по уравнению (2.133). Хотя в этих условиях невозможно однозначно идентифицировать механизм, контролирующей скорость ползучести, очевидно, что поведение материала при ползучести обусловлено каким-то дислокационным процессом, потому что диффузионная ползучесть, включающая диффузию вакансий в кристаллической решетке, предполагает как сильную зависимость от размера зерна, так и на несколько порядков меньшие величины скоростей ползучести. О влиянии решеточного механизма, кроме того, свидетельствуют низкие теоретические скорости диффузионной ползучести по границам зерен, рассчитанные по уравнению (2.134) при соответствующих допущениях для  $d_{gb}D_{gb}$  [188].

Несмотря на то что сравнение экспериментальных и теоретических значений скоростей ползучести редко дает прямую идентификацию механизма ползучести, по результатам этого сравнения часто можно определить наиболее вероятные механизмы данного процесса.

### *Определение параметров $m_g$ , $\eta$ и $D$*

Наиболее действенный метод установления вида процесса, контролирующего скорость ползучести, состоит в непосредственном определении показателей степени  $m_g$  и  $\eta$ , а также величины энергии активации, входящей в выражение для коэффициента диффузии  $D$ , и последующем сравнении полученных значений с величинами, рассчитанными по различным теориям (см. табл. 7).

*Зависимость от размера зерна.* Значение  $m_g$  легко определить по результатам испытаний нескольких образцов из одного и того же материала, но с различными размерами зерна при одинаковых напряжениях и температуре. Для образцов с зернами очень небольшого размера необходимо исключить данные, полученные в условиях, когда одновременно с ползучестью происходит рост зерен. Как показано в табл. 6, если скорость установившейся ползучести не зависит от размера зерна (т. е.  $m_g = 0$ , аналогично приведенным на рис. 125 данным по MgO), то доминируют внутризеренные механизмы, если же  $m_g \neq 0$ , то ползучесть в значительной мере определяется граничными механизмами.

*Зависимость от напряжения.* Показатель степени при напряжении можно определить испытанием разных образцов с одинаковым размером зерна при одной и той же температуре, но разных уровнях напряжения. С другой стороны, чтобы избежать разброса экспериментальных данных, получаемых на нескольких образцах, значение  $\eta$  можно получить, используя метод приращения напряжений. Согласно этому методу, скорости установившейся ползучести измеряют при различных напряжениях на одном образце,

испытываемом в изотермических условиях<sup>1</sup>. Если величина  $\Theta$  не зависит от напряжения, то все экспериментально полученные точки для разных температур, будучи нанесены на график как функция  $\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1$  от  $\sigma_2/\sigma_1$ , где  $\dot{\epsilon}_1$  и  $\dot{\epsilon}_2$  — скорости установившейся ползучести соответственно до и после изменения напряжения от  $\sigma_1$  до  $\sigma_2$ , располагаются на одной кривой.

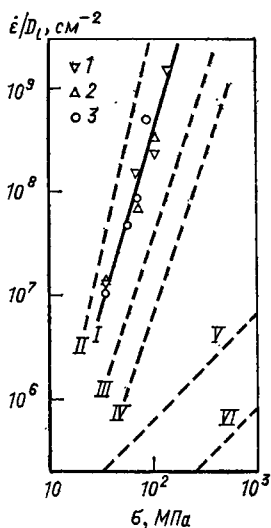


Рис. 125. Экспериментальная (I) и расчетные (II—VI) кривые зависимости скорости ползучести, отнесенной к коэффициенту диффузии  $\dot{\epsilon}/D_1$ , от напряжения  $\sigma$  для образцов из поликристаллического оксида магния при 1200° С: 1—3 — размер зерна  $G$ , соответственно равный 11,8; 33; 52 мкм

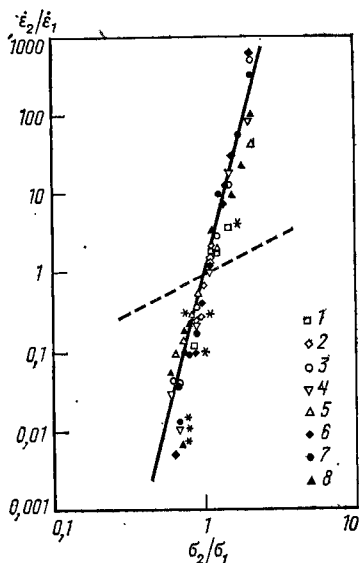


Рис. 126. Зависимость  $\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1$  от  $\sigma_2/\sigma_1$ , полученная при мгновенных изменениях напряжения и постоянной температуре для образцов из поликристаллического фторида лития; пунктиром показана теоретическая зависимость по механизму Набарро—Херринга и Кобла: 1—5 — образцы с размером зерен  $G = 160$  мкм, испытанные при температуре соответственно 300, 400, 450, 500 и 550° С; 6—8 — то же,  $G = 3000$  мкм, соответственно при 400, 450 и 550° С

Как пример на рис. 126 приведены экспериментальные данные для образцов поликристаллического фторида лития. Вследствие трудности определения деформации образца, соответствующей началу области установившейся ползучести, измеренная при начальном уровне напряжения скорость ползучести иногда может быть несколько выше той, которая согласовывалась бы с последующими экспериментальными данными. Поэтому эти начальные

<sup>1</sup> В этом эксперименте важно измерять скорости установившейся ползучести, а не мгновенные скорости, возникающие сразу же после изменения в напряжении. Было показано, что измерения мгновенных скоростей ползучести поликристаллического хлористого натрия приводят к завышенному значению  $\eta$  [189]; этот эффект приписывается изменению среднего размера субзерен с изменением напряжения [190] (см. раздел 2.7.5).

точки отмечались на рис. 126 звездочками и не принимались в расчет при определении положения линии регрессии, для которой  $\eta = 7,6$ . Из рис. 126 следует, что в пределах экспериментально исследованного диапазона зависимость скорости ползучести от напряжения не связана с температурой и размером зерна, а показатель степени при напряжении намного выше, чем теоретически предсказываемый для диффузионной ползучести (механизмы Набарро—Херринга и Кобла). Это расхождение дополнительно иллюстрируется еще и пунктирной линией, соответствующей  $\eta = 1$  и проведенной через точку, где  $\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1 = \sigma_2/\sigma_1 = 1,0$ .

*Зависимость от температуры.* Важная информация о природе механизмов, контролирующих скорость ползучести, может быть получена в результате определения энергии активации ползучести. Однако при интерпретации найденных величин возникают две проблемы.

Во-первых, для многих керамических систем коэффициенты диффузии определены не с высокой точностью. Кроме того, диффузионные процессы могут быть примесными, собственными или идти по границам зерен; и часто не ясно, какие группы атомов контролируют поведение материала при ползучести. Интуитивно можно ожидать, что при решеточных механизмах скорость ползучести ограничивается, как правило, более медленно движущимся ионом, например, анионом в стехиометрических оксидах<sup>1</sup>, но проблема осложняется при небольших размерах зерна, когда важную роль играет диффузия по границам зерен. Сущность этой проблемы обусловлена теоретическими зависимостями, представленными в табл. 5.

Во-вторых, обычно не делают различия между кажущейся энергией активации ползучести  $Q'_c$  и истинной энергией активации  $Q_c$ . Кажущаяся энергия активации выражается формулой

$$Q'_c = -R \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial (1/T), \quad (2.168)$$

тогда как истинная энергия активации определяется как

$$Q_c = -R \partial \ln D / \partial (1/T). \quad (2.169)$$

Величины  $Q_c$  и  $Q'_c$ , как правило, несколько различаются из-за наличия члена  $(\mu n^{-1} T)^{-1}$  в обобщенном уравнении ползучести (2.163); однако в некоторых случаях разница между значениями  $Q_c$  и  $Q'_c$  может быть весьма значительной [191].

В условиях постоянного напряжения и при допущении, что величина  $\Theta$  в уравнении (2.163) не зависит от температуры,  $Q'_c$  может быть представлена уравнением

$$Q'_c = -R \partial \ln \mu / \partial (1/T) + R \partial \ln T / \partial (1/T) + \\ + R \eta \partial \ln \mu / \partial (1/T) - R \partial \ln D / \partial (1/T), \quad (2.170)$$

<sup>1</sup> В оксидах, в которых легко может возникнуть дефицит кислорода (например, в  $\text{ThO}_2$ ,  $\text{UO}_2$ ), катион, по-видимому, диффундирует медленнее аниона и при решеточных механизмах контролирует скорость ползучести.

так что величины  $Q_c$  и  $Q'_c$  связываются выражением

$$Q_c = Q'_c + RT \{1 + [(\eta - 1)T/\mu] (\partial\mu/\partial T)_\sigma\}. \quad (2.171)$$

Так как обычно  $(\partial\mu/\partial T)_\sigma < 0$ , из уравнения (2.171) следует, что  $Q'_c < Q_c$  для механизмов, где  $\eta = 1$ , но  $Q'_c > Q_c$  при высоких температурах и тогда, когда  $\eta$  больше, чем  $\sim 1,5$ . В экспериментах по ползучести значение  $Q'_c$  обычно определяют измерением  $\dot{\epsilon}$  для нескольких образцов с одинаковым размером зерна, испытанных при одинаковом напряжении, но при разных температурах, и построением графика зависимости логарифма  $\dot{\epsilon}$  от  $1/T$ . Тангенс угла наклона прямой определяется величиной  $-Q'_c/(2,3R)$ . Интерпретировать эту величину, полученную из графика такого типа, следует осторожно, так как точное значение  $Q_c$  не имеет большой ценности, если исследованный интервал температур перекрывает переходную область, в которой может действовать более одного механизма ползучести.

Истинную энергию активации определяют подобным же методом по тангенсу угла наклона кривой  $(-Q_c/2,3R)$  зависимости логарифма  $\dot{\epsilon}\mu^{n-1}T$  от  $1/T$ . С другой стороны, если известен  $\eta$  и имеются данные о соответствующих значениях  $\sigma$  при разных температурах, отвечающих постоянному значению  $\dot{\epsilon}$ , величина  $Q_c$  может быть определена по тангенсу угла наклона кривой  $(Q_c/2,3R)$  зависимости логарифма  $\sigma^n/\mu^{n-1}T$  от  $1/T$ .

Преобразованием уравнения (2.163) можно показать, что для образцов с одинаковым размером зерна зависимость логарифма  $\dot{\epsilon}kT/\mu b$  от  $\sigma/\mu$  будет давать ряд линий, соответствующих различным температурам эксперимента. Эти линии будут параллельны, если  $\Theta$  не зависит от напряжения и температуры. В этом случае величину  $Q_c$  можно определить по расстоянию между этими линиями, так как при постоянном отношении  $\sigma/\mu$  и двух разных температурах  $T_1$  и  $T_2$  величина  $Q_c$  выражается формулой

$$Q_c = \frac{R \ln \{[\dot{\epsilon}kT_2/(\mu_2 b)]/[\dot{\epsilon}kT_1/(\mu_1 b)]\}}{(T_2 - T_1)/T_1 T_2}, \quad (2.172)$$

где  $\mu_1$  и  $\mu_2$  — значения модуля сдвига соответственно при температурах  $T_1$  и  $T_2$ .

На рис. 127 в качестве примера приведены данные для поликристаллического фтористого лития [34]. Как и на рис. 126, точки, отмеченные звездочками, обозначают величины, полученные при начальном уровне напряжения и их не учитывали при определении положения линий. Пренебрегая экспериментальными точками, соответствующими двум более низким температурам, для которых линии определены не вполне точно, значение  $Q_c$  по уравнению (2.172) было оценено примерно в  $203 \text{ кДж} \cdot \text{моль}^{-1}$ . Так как линии на рис. 127 практически параллельны, то величина  $Q_c$  не зависит от отношения  $\sigma/\mu$  для приведенного диапазона напряжений.

Более предпочтительным методом определения энергии активации ползучести является метод малых скачков температуры. По этому методу образцы испытывают в условиях постоянного напряжения с быстрым изменением температуры на 15—25°С при регулярных приращениях деформации примерно на 0,02. Если предположить, что внутренняя структура материала непосредственно до и после таких изменений остается постоянной, то величину  $Q'_c$  можно рассчитать по скоростям ползучести  $\dot{\epsilon}_1$  —

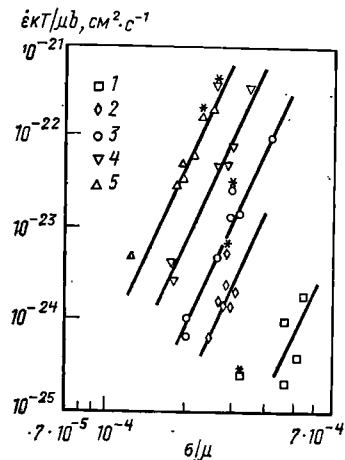


Рис. 127. Зависимость  $\dot{\epsilon} k T / \mu b$  от  $6/\mu$  для образцов из поликристаллического фторида лития ( $G = 160$  мкм):  
1—5—образцы, испытанные соответственно при 300, 400, 450, 500 и 550°С

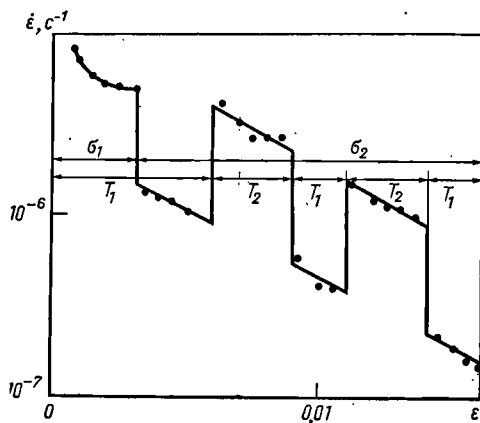


Рис. 128. Зависимость скорости ползучести  $\dot{\epsilon}$  от деформации  $\epsilon$  для образца из поликристаллического оксида магния

непосредственно предшествующей и  $\dot{\epsilon}_2$  — непосредственно следующей за скачком температуры от  $T_1$  до  $T_2$  по соотношению

$$Q'_c = \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial (-1/RT) \approx \Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta (-1/RT) = [R \ln (\dot{\epsilon}_2 / \dot{\epsilon}_1)] / [(T_2 - T_1) / T_1 T_2]. \quad (2.173)$$

С другой стороны, если при проведении испытаний известны величины  $\mu/T$  и  $\eta$ , то  $Q_c$  можно рассчитать по соотношению

$$Q_c \approx \frac{R \ln (\dot{\epsilon}_2 \mu_2^{\eta-1} T_2 / \dot{\epsilon}_1 \mu_1^{\eta-1} T_1)}{(T_2 - T_1) / T_1 T_2}. \quad (2.174)$$

На рис. 128 показана типичная кривая зависимости  $\dot{\epsilon}$  от  $\epsilon$  для образца из мелкозернистого (2—3 мкм) оксида магния, подвергнутого испытанию, при котором напряжение в начальный период  $\sigma_1 = 34,9$  МПа и затем поддерживалось на уровне  $\sigma_2 = 13,9$  МПа, а температура циклически изменялась от  $T_1 = 1415$  до  $T_2 = 1465$  К [192]. Величина кажущейся энергии активации  $Q'_c$  может быть определена для каждого температурного изменения

по уравнению (2.173). В данной методике нет строгого требования, чтобы материал деформировался в области установившейся ползучести.

Преимущество метода малых скачков температуры заключается в том, что при его использовании получают значения энергии активации для очень узкого температурного интервала ( $\sim 20^\circ \text{C}$ ), а не среднюю энергию активации для широкого диапазона температур.

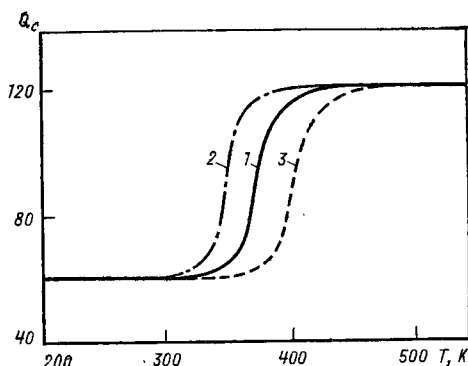


Рис. 129. Зависимость энергии активации  $Q_c$  от температуры для двух независимо действующих механизмов:

1 —  $\sigma_1$ ; 2 —  $\sigma_2 > \sigma_1$ ,  $\eta_1 < \eta_2$ ; 3 —  $\sigma_2 > \sigma_1$ ,  $\eta_1 > \eta_2$

При напряжении  $\sigma_1$  существует переход от механизма с низкой энергией активации  $Q_{c1}$  (при низких температурах) к механизму с высокой энергией активации  $Q_{c2}$  (при высоких температурах); этот переход происходит на протяжении довольно широкого ( $\sim 100^\circ \text{C}$ ) диапазона температур. Очевидно, что попытки определить энергию активации в переходной области, используя зависимость логарифма  $\dot{\epsilon} \mu^{-1} T$  для  $Q_c$  (или  $\dot{\epsilon}$  для  $Q_c$ ) от  $1/T$ , приведут к определению величины, промежуточной между  $Q_{c1}$  и  $Q_{c2}$  (или  $Q_{c1}$  и  $Q_{c2}$ ). В противоположность этому, методом малых скачков температуры можно непосредственно определить изменение энергии активации с температурой.

На рис. 129 показано также и влияние изменения уровня напряжения до  $\sigma_2 > \sigma_1$  при  $\eta_1 < \eta_2$  и  $\eta_1 > \eta_2$  ( $\eta_1$  и  $\eta_2$  — показатели степени при напряжении для механизмов с энергиями активации соответственно  $Q_{c1}$  и  $Q_{c2}$ ). Видно, что переходная область температур определяется величиной приложенного напряжения.

### Исследование образцов после испытания

Ценная информация о возможных механизмах, контролирующих скорость ползучести, может быть получена в результате исследования образцов, испытанных на ползучесть, с помощью оптической просвечивающей электронной (ПЭМ) или сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). До сих пор эти методы были использованы лишь в немногих исследованиях керамических материалов, под-



вергнутых испытанию на ползучесть, тем не менее, несомненно, что они весьма эффективны и перспективны.

Характер диффузионной ползучести таков, что деформация происходит сразу же в установившемся режиме без образования внутризеренной субструктуры, поэтому для данного механизма характерна кривая ползучести типа *B* (см. рис. 115). В противоположность этому некоторые, хотя и не все, решеточные механизмы связаны с образованием на первой стадии ползучести субструктуры<sup>1</sup>, предшествующей появлению области установившейся ползучести, субструктура которой остается практически постоянной; для данных механизмов характерна кривая ползучести типа *A* (см. рис. 115). Поэтому исследование внутризеренной структуры образцов после испытания с помощью травления или методом ПЭМ служит действенным средством идентификации механизма процесса.

Кроме того, исследование поверхности образца после испытания свидетельствует о наличии или отсутствии смещения зерен во времени. Если смещение происходит, то риски или маркерные линии у границ смещаются, а на границах образуются ступеньки, перпендикулярные к поверхности образца. Эти ступеньки легко обнаружить с помощью интерферометрии [194] или СЭМ [195] даже при весьма небольшом смещении.

Имеются методы расчета деформации ползучести вследствие проскальзывания по границам зерен  $\epsilon_{gbs}$  [126, 196, 197]. Общая деформация, происходящая во время ползучести, может быть выражена суммой

$$\epsilon_t = \epsilon_g + \epsilon_{gbs} + \epsilon_d(l) + \epsilon_d(gb), \quad (2.175)$$

где  $\epsilon_g$  — деформация, обусловленная всеми решеточными механизмами, действующими внутри зерен (раздел 2.7.2), а  $\epsilon_d(l)$  и  $\epsilon_d(gb)$  — деформации, вызванные диффузионной ползучестью соответственно в решетке [уравнение (2.133)] и по границам зерен [уравнение (2.135)]. Ввиду того, что ползучесть приводит также и к смещению зерен (см. рис. 118), величину  $\epsilon_{gbs}$  точно выделить можно только при таких условиях, когда  $\epsilon_d(l) \approx \epsilon_d(gb) \approx 0$ . При выполнении этого условия  $\epsilon_{gbs}$  может быть определена с помощью любого из следующих четырех методов:

1. Метод внутризеренной квадратной сетки. Пусть при  $\epsilon_t$   $L$  — длина, а  $B$  — ширина сетки в пределах зерна, тогда  $\epsilon_g = (L/B)^{2/3} - 1$ ,  $\epsilon_{gbs} = \epsilon_t - \epsilon_g$ .

<sup>1</sup> Примером решеточного механизма, не связанного с образованием субструктуры, служит модель дислокационного скольжения — переползания, когда скорость контролируется скольжением, согласно уравнению (2.152). В работе [193] сообщалось о непрерывной установившейся ползучести и в некоторых случаях — о незначительной как бы «перевернутой» первичной стадии в различных твердорастворимых сплавах NaCl—KCl, с показателем степени при напряжении, близком к трем.

2. Метод продольной маркерной линии для измерения  $u_3$  и  $\theta_d$ ;  $\varepsilon_{gbs} = 2 (\bar{u}_3 / \operatorname{tg} \theta_d)_l G_l^{-1}$ .

3. Метод продольной маркерной линии для измерения только  $u_3$ ;  $\varepsilon_{gbs} \approx 1,5 (\bar{u}_3)_l G_l^{-1}$ .

4. Метод, основанный на использовании измерительного интерференционного микроскопа или прибора для контроля профиля поверхности, с целью измерения  $u_2$ . Для полированных поверхностей при  $\varepsilon_t \leq 0,05$   $\varepsilon_{gbs} \approx 1,1 \bar{u}_2(r) G_l^{-1}$ . Для отожженных поверхностей или для полированных поверхностей<sup>1</sup> при  $\varepsilon_t \geq 0,05$   $\varepsilon_{gbs} \approx 1,4 \bar{u}_2(r) G_l^{-1}$ .

Как показано на рис. 130,  $u_2$  и  $u_3$  — составляющие вектора проскальзывания  $S$ , разложенного перпендикулярно оси растя-

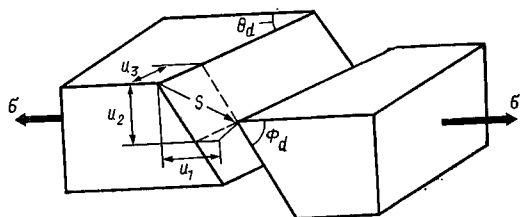


Рис. 130. Схема проскальзывания по границе между двумя смежными зернами ( $S$  — вектор проскальзывания)

жения, и каждая из них соответственно перпендикулярна поверхности образца или лежит в ее плоскости, а  $\theta_d$  — угол между границей и осью растяжения в плоскости поверхности. Если  $u_1$  представляет собой составляющую проскальзывания в направлении оси растяжения, а  $\Phi_d$  — угол между границей и поверхностью, измеренный на продольном разрезе, перпендикулярном поверхности, то  $u_1$  связана с  $u_2$  и  $u_3$  зависимостью

$$u_1 = u_2 / \operatorname{tg} \Phi_d + u_3 / \operatorname{tg} \theta_d. \quad (2.176)$$

Подстрочные индексы  $l$  и  $r$  обозначают измерения, соответственно либо в направлении продольного перемещения, либо на произвольно выбранных границах;  $\bar{G}$  — средний размер зерна, определенный по продольной оси при нулевой деформации (черта над символом означает среднее значение). Метод 1 может быть осуществлен с использованием сетки, нанесенной на поверхность образца чертилкой либо фотоспособом [198].

<sup>1</sup> «Полированной» считается поверхность, которую перед испытанием на ползучесть полируют; в таком случае величины углов  $\Phi_d$  распределяются хаотично. «Отожженную» поверхность имеют образцы, которые перед испытанием на ползучесть были подвергнуты высокотемпературному отжигу, но без последующей полировки; в этом случае ориентация внутренних границ по отношению к поверхности образца ближе к перпендикулярной [126, 199].

## 2.7.5. ПРИМЕРЫ ПОВЕДЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ

### Зависимость от размера зерна

По зависимости скорости ползучести от размера зерна поведение материалов при ползучести легко подразделяется на два типа.

Если зерно достаточно крупно, поведение материала контролируется решеточными механизмами, причем  $m_g = 0$ . На это отсутствие зависимости от размера зерна указывают результаты экспериментов с оксидом магния, представленные на рис. 125 (экспериментальные точки были получены на образцах с тремя

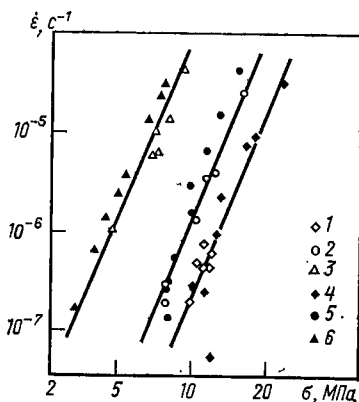


Рис. 131. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для образцов из поликристаллического фторида лития: 1-3 — образцы с  $G = 160$  мкм, испытанные соответственно при 400, 450 и 550° С; 4-6 — то же,  $G = 3000$  мкм соответственно при 400, 450 и 550° С

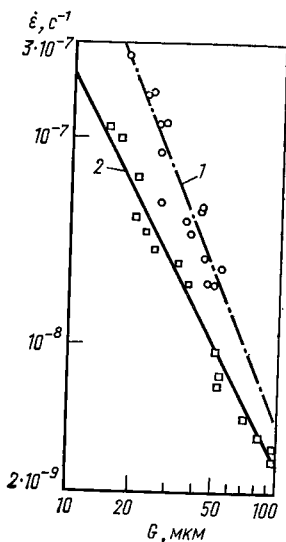


Рис. 132. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от размера зерна  $G$  для образцов из поликристаллического оксида магния: 1 — образцы, содержащие 2,65% Fe,  $m_g = 2,38$ ; 2 — то же, 0,53% Fe,  $m_g = 1,94$

различными размерами зерна). Кроме того, это видно по результатам экспериментов, проведенных на образцах из поликристаллического фторида лития (рис. 131) с двумя размерами зерна, различавшимися более чем на порядок [200]. В этом случае измеренные значения  $\dot{\epsilon}$  практически идентичны для обоих размеров зерна.

При малых размерах зерна, когда важную роль играют граничные механизмы, ситуация осложняется, так как имеющее физический смысл значение  $m_g$  получается только тогда, когда в поведении при ползучести преобладает один механизм. В общем же случае, когда наблюдаемая скорость ползучести определяется двумя (или более) граничными механизмами или когда имеется сколько-нибудь существенный вклад решеточного механизма, найденное значение  $m_g$  составляет 0—3. Пример такого поведения

показан на рис. 132 для образцов из оксида магния, испытанных в окислительной атмосфере ( $P_{O_2} = 0,86$  атм) при температуре  $1350^\circ \text{C}$  и напряжении 9,81 МПа и содержавших соответственно 0,53 и 2,65% Fe [201]. При содержании 0,53% Fe тангенс угла наклона кривой зависимости  $\dot{\epsilon}$  от  $G$  соответствует  $m_g = 1,94$ , что указывает на хорошее соответствие ползучести Набарро—Херринга. Анализ полученных данных, кроме того, показывает, что процессом, контролирующим скорость ползучести, служит диффузия катионов в кристаллической решетке, поэтому механизм ползучести отнесен к типу IIIa (см. табл. 6). При содержании 2,65% Fe значение  $m_g = 2,38$ . Это указывает на то, что имеется существенный дополнительный вклад и ползучести Кобла, подробный анализ данных обнаруживает постепенный переход к анионной диффузии по границам зерен; согласно табл. 6, этот механизм относится к типу IIIb.

### *Зависимость от напряжения*

Как уже указывалось, экспериментально полученное значение показателя степени при напряжении зависит как от уровня напряжения, использованного при испытаниях на ползучесть, так и от того, действуют ли участвующие в процессе механизмы независимо один от другого или последовательно. Если процессы независимы, то с повышением уровня напряжения показатель степени изменяется от низкого значения до высокого, тогда как для последовательных процессов при возрастании напряжения показатель степени уменьшается от высокого значения к низкому.

Пример такого двустадийного поведения приведен на рис. 133 для поликристаллического  $UO_2$  стехиометрического состава, испытанного при трех различных температурах [202]. В данном случае при низких напряжениях показатель степени при напряжении составляет 1,0, указывая тем самым на диффузионную ползучесть Набарро—Херринга или Кобла, тогда как при высоких напряжениях происходит резкий переход к зависимости, при которой  $\eta \approx 4,5$ . Это свидетельствует о том, что скорость ползучести контролируется решеточным механизмом, таким как скольжение-переползание дислокаций, регулируемое переползанием (см. табл. 6). Используя уравнение (2.167) для двух независимых механизмов и значения напряжений перехода, полученные по кривым рис. 133, было установлено, что в этом материале при самой низкой температуре испытания ( $1703 \text{ K}$ ) вклад скорости ползучести Кобла может составлять  $>0,3$  от общей скорости ползучести [187].

Экспериментальный пример того, как два последовательных механизма контролируют поведение материала, по-видимому, дают результаты, полученные для поликристаллического  $Fe_2O_3$  (рис. 134). У этого материала показатель степени при напряжениях

уменьшается от  $\sim 3,0$  при низких уровнях напряжения до  $\sim 1,0$  при высоких напряжениях.

Если при низких напряжениях у многих видов керамики имеется общая тенденция к уменьшению величины  $\eta$  до  $\sim 1,0$ , то в настоящее время достаточно данных, которые указывают, что при напряжениях от умеренных до высоких материалы отчетливо разделяются на две группы. У одной группы показатель степени при напряжении близок к 5 (например, KCl [193], LiF [134],

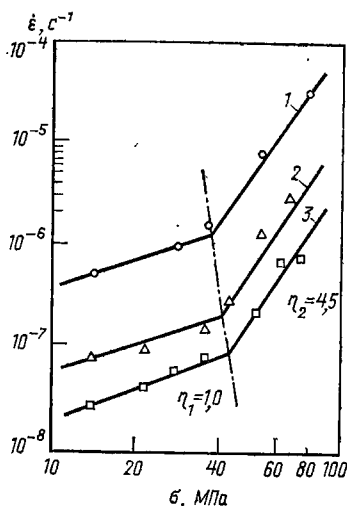


Рис. 133. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для образцов из поликристаллического оксида урана ( $G = 10$  мкм) при температурах испытания, К:  
1 — 1939; 2 — 1808; 3 — 1703

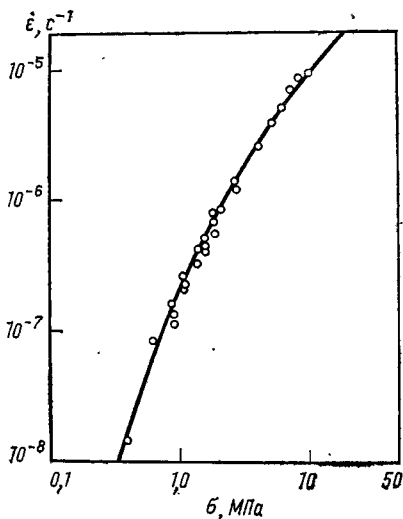


Рис. 134. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для образцов из поликристаллического оксида железа ( $G = 12$  мкм), испытанных при 1373 К

NaCl [204], ThO<sub>2</sub> [202] и UO<sub>2</sub> [202, 205, 206]), а у другой он составляет  $\sim 3$  (например, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [195, 207, 208], BeO [209], MgO [188, 210, 211] и UC [212]). На рис. 135 и 136 приведены графики нормализованной скорости ползучести  $\dot{\epsilon} kT/D_i \mu b$  как функции нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для трех видов керамики, показывающих при ползучести зависимости с показателями степени при напряжении, равными  $\sim 3$  и 5. Используемые для построения этих зависимостей значения  $D_i$ ,  $\mu$  и  $b$  сведены в табл. 8. Причина такого очевидного разделения материалов на две отдельные группы по их поведению при ползучести в настоящее время еще полностью не выяснена, однако высказывалось предположение, что оно может возникать из-за различий в природе межатомных связей [213] или же здесь сказывается отношение радиусов анионов и катионов, причем при отношении более 2  $\eta \approx 3$ , а при отношении менее 2  $\eta \approx 5$  [214].

Материалы, для которых  $\eta \approx 5$ , вероятно, деформируются при сочетании скольжения и переползания дислокаций, где контролирующим процессом является переползание [уравнение (2.147)]. Для материалов же, показывающих  $\eta \approx 3$ , механизм, контролирующий скорость процесса, полностью еще не установлен. Им может быть какая-то форма механизма микроползучести с участием заряженных дислокаций [уравнение (2.150)] или переползание дислокаций без скольжения [уравнения (2.155) и

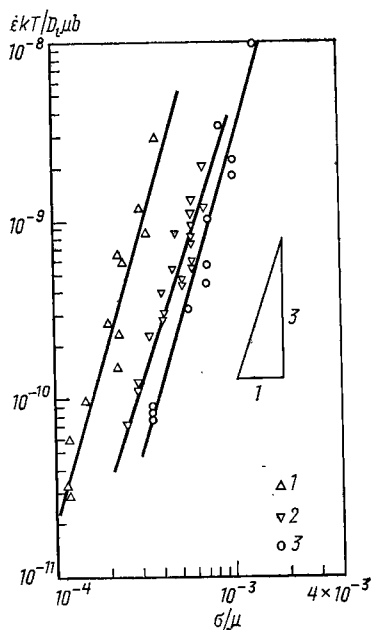


Рис. 135. Зависимость нормализованной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}kT/D_1\mu b$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для трех видов керамики с  $\eta \approx 3$ : 1 — UC [212]; 2 —  $Al_2O_3$  [195]; 3 — MgO [188]

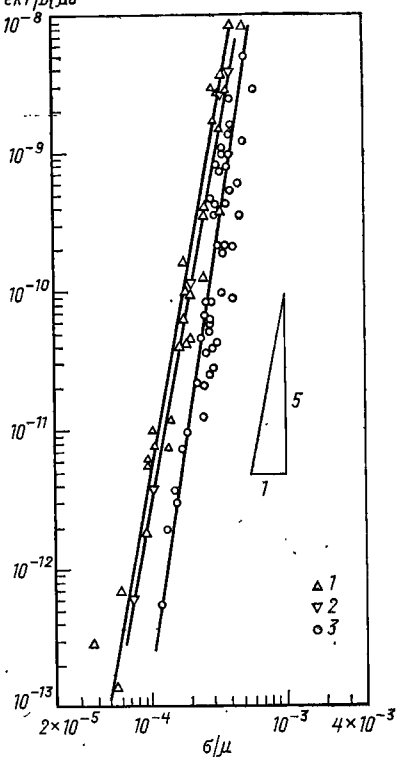


Рис. 136. Зависимость нормализованной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}kT/D_1\mu b$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для трех видов керамики с  $\eta \approx 5$ : 1 — NaCl [204]; 2 — KCl [193]; 3 — LiF [34]

(2.156)]. Так как  $BeO$  и  $Al_2O_3$  при высоких температурах имеют только 4 независимые системы скольжения, то, если вторичное скольжение происходит по системе  $\{11\bar{2}0\}\{1\bar{1}00\}$  (см. табл. 1), оба эти материала не удовлетворяют критерию пяти независимых систем скольжения, необходимых для общего изменения формы кристалла посредством только скольжения. Поэтому был сделан вывод, что деформация при ползучести возникает посредством переползания дислокаций по модели, которая описывается уравнениями (2.155) и (2.156) [215]. Однако и возможность механизма

ТАБЛИЦА 8  
ЗНАЧЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ  $D_i$ ,  $\mu^*$  и  $b$   
ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Материал	Ион	$D_i$ , см <sup>2</sup> ·с <sup>-1</sup>	$\mu_0$ , МПа	$\Delta\mu$ , МДж·моль <sup>-1</sup>	$b$ , 10 <sup>-8</sup> см
KCl	Cl <sup>-</sup>	3,2 exp (-45 000/RT) [220]	$1,225 \cdot 10^4$	6,57 [314]	4,45
LiF	F <sup>-</sup>	64 exp (-50 700/RT) [315]	$5,52 \cdot 10^4$	33,2 [314]	2,85
NaCl	Cl <sup>-</sup>	$2,2 \cdot 10^2$ exp (-51 000/RT) [220]	$1,79 \cdot 10^4$	9,6 [314]	3,99
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	O <sup>2-</sup>	$1,9 \cdot 10^3$ exp (-152 000/RT) [217]	$1,71 \cdot 10^5$	23,4 [316]	4,75 **
MgO	O <sup>2-</sup>	$2,5 \cdot 10^{-6}$ exp (-62 400/RT) [317]	$1,387 \cdot 10^5$	26,2 [318]	2,98
UC	U <sup>4+</sup>	$7,5 \cdot 10^{-5}$ exp (-81 000/RT) [319]	$2,058 \cdot 10^6$	16,1 [320]	3,51

\* Величины  $\mu$  при температуре  $T$  оценивали по соотношению  $\mu = \mu_0 - (\Delta\mu) T$ .

\*\* Для скольжения в базальной системе  $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ .

микроползучести, представленного уравнением (2.150), подтверждена тем, что после испытаний на ползучесть образцов из Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> внутри многих зерен наблюдались тонкие линии скольжения [195]. Таким образом, вопрос о контролирующем механизме в материалах, для которых  $\eta \approx \approx 3$ , в настоящее время точно не разрешен.

### Зависимость от температуры

При интерпретации зависимости поведения материала при ползучести от температуры важно определить, играют ли существенную роль в деформационном процессе граничные механизмы.

Когда граничные механизмы не имеют существенного значения, а температуры настолько высоки, что диффузия в решетке происходит намного быстрее, чем вдоль ядер дислокаций, величина  $D_i$  равна коэффициенту диффузии для более медленно движущегося иона. Эта равнозначность графически показана на рис. 137, на котором энергия активации  $Q_d$ , экспериментально определенная для самых медленных диффундирующих частиц в решетке, сопоставлена с величинами энергии активации  $Q_c$ , найденными в экспериментах по ползучести. Здесь использованы

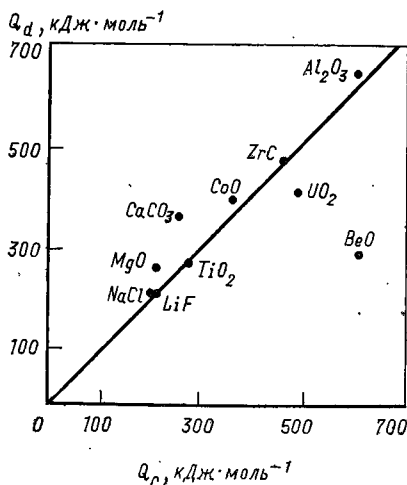


Рис. 137. Сравнение энергии активации диффузии в кристаллической решетке для самых медленных частиц  $Q_d$  с энергией активации ползучести  $Q_c$

данные по ползучести без участия граничных механизмов<sup>1</sup> [213]. Этот эксперимент подтверждает, что для всех материалов, кроме  $\text{BeO}$ ,  $Q_d \approx Q_c$ . Отклонение  $\text{BeO}$  от общей закономерности может быть следствием ошибок при экспериментальных определениях  $Q_d$  или  $Q_c$ .

Если граничные механизмы имеют существенное значение, то в зависимости от условий эксперимента скорость процесса можно контролировать одним из следующих коэффициентов диффузии:  $D_A(l)$ ,  $D_B(l)$ ,  $D_A(gb)$  или  $D_B(gb)$  (см. табл. 6). Кроме того, существуют два обстоятельства, которые еще более усложняют интерпретацию процесса:

1. Если поведение при ползучести определяется одновременно механизмом Набарро—Херринга и механизмом Кобла, экспериментально найденная величина энергии активации будет промежуточной между соответствующими величинами для диффузии в решетке и по границам зерен.

2. Наличие примесей часто изменяет скорость диффузии и тем самым влияет на измеренные величины скорости ползучести.

Это может быть наглядно продемонстрировано на примере поликристаллического  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , по ползучести которого имеются обширные данные. Ранними экспериментами, проведенными на монокристаллах  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , было установлено, что скорость диффузии в кристаллической решетке у иона  $\text{Al}^{3+}$  [216] обычно более чем на два порядка выше, чем у иона  $\text{O}^{2-}$  [217], так что

$$D_{\text{Al}}(l) \gg D_{\text{O}}(l). \quad (2.177)$$

Эксперименты по ползучести, проведенные на поликристаллах с небольшими размерами зерна (3—13 мкм), показали практически линейную зависимость  $\dot{\epsilon}$  от  $\sigma$  при обратной зависимости от  $G^2$ . Поэтому логично заключить, что контролирующей скоростью процесса была ползучесть Набарро—Херринга [207]. Из уравнения Набарро—Херринга (2.132) следует, что

$$D_l = \dot{\epsilon} G^2 kT / B_1 V_a \sigma. \quad (2.178)$$

Однако анализ данных по ползучести с помощью уравнения (2.178) показал, что величина  $D_l$  значительно ближе к  $D_{\text{Al}}(l)$ , чем к  $D_{\text{O}}(l)$ . Следовательно можно предположить, что при наличии межзеренных границ усиливается диффузия анионов, поэтому при малых размерах зерна частицами, которые контролируют скорость процесса, становятся катионы [218]. Размер зерна, при котором скорость процесса начинает определяться величиной  $D_{\text{Al}}(l)$ , разные авторы оценивали по-разному: <20 мкм [218] и <5 мкм [219]. Подтверждением этой гипотезы служит усиленная анионная диффузия на границах зерен, отмеченная в эксперимен-

<sup>1</sup> В работе не предпринимались попытки пересчитать значения  $Q_c$  по приведенным значениям  $Q'_c$ . Поэтому часть экспериментальных точек на рис. 137 относится к  $Q'_c$ .



тах по диффузии, проведенных на  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [217] и многих щелочных галлоидных соединениях [220]. В то же время, как можно судить по экспериментальным данным, в большом числе ионных соединений, за исключением  $\text{CsCl}$  и  $\text{CsF}$ , катионная диффузия не зависит от наличия границ зерен [216, 220]. Кроме того, данные работы [221] позволяют предположить, что диффузия анионов по границам зерен  $\text{Al}_2\text{O}_3$  происходит с весьма высокой скоростью. Имеющиеся данные показывают, что относительные величины связаны неравенством

$$(d_{gb})_{\text{Al}} D_{\text{Al}}(gb) < (d_{gb})_{\text{O}} D_{\text{O}}(gb) \quad (2.179)$$

и, так как скорость диффузии иона  $\text{O}^{2-}$  через границы зерен весьма высока:

$$D_{\text{O}}(l) < (d_{gb})_{\text{O}} D_{\text{O}}(gb). \quad (2.180)$$

Как следует из табл. 6, при таких характеристиках возможны три типа поведения при ползучести: с увеличением размера зерна или температуры или их обоих происходит переход от ползучести Кобла, контролируемой величиной  $D_{\text{Al}}(gb)$  (тип I), к ползучести Набарро—Херринга, контролируемой  $D_{\text{Al}}(l)$  (тип III а), и далее к ползучести Кобла, контролируемой  $D_{\text{O}}(gl)$  (тип III б). Подробный анализ данных по ползучести, полученных для поликристаллического  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , показывает для типов поведения I и III а хорошее соответствие этим тенденциям; тип III б не наблюдался из-за появления решеточного механизма в зернах более крупного размера [222].

В настоящее время имеются экспериментальные данные, которые подтверждают наличие в керамических материалах диффузионной ползучести как в кристаллической решетке [118, 207, 208, 223—225], так и по границам зерен [201, 226—228], когда уровень напряжения низок, а размер зерна сравнительно невелик. Как указывалось в разделе 2.7.5, увеличение показателя степени при напряжении, наблюдаемое при повышенных напряжениях, свидетельствует о существовании перехода в этих условиях к решеточному механизму с энергией активации, равной энергии активации для диффузии более медленно движущегося иона в кристаллической решетке (рис. 137).

Очень немного керамических материалов исследовано в достаточно широком интервале температур, чтобы можно было по-

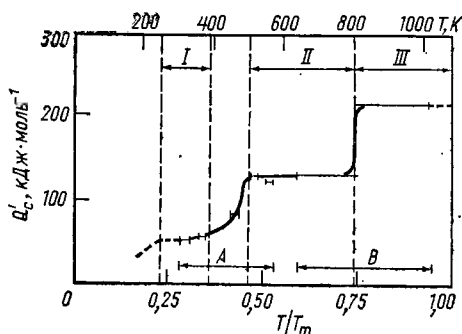


Рис. 138. Зависимость кажущейся энергии активации  $Q'_c$  от гомологической температуры  $T/T_m$  для поликристаллического  $\text{NaCl}$ ; А —  $\varepsilon = 10^{-9} \div 10^{-7} \text{ с}^{-1}$ ; В —  $\varepsilon = 10^{-7} \div 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

строить характеристику энергии активации  $Q_c$  (или  $Q_c^0$ ) в зависимости от гомологической температуры  $T/T_m$ . Исключение составляют представленные на рис. 138 данные для поликристаллического NaCl [229], основанные на экспериментальных результатах, полученные в пределах температурного диапазона, начинающегося от  $\sim 0,3T_m$  [204, 230]. Сопоставляя эти результаты с данными, представленными на рис. 129, можно предположить существование взаимного перехода между тремя механизмами, действующими независимо в областях I, II и III. Существование области I предположительно было приписано образованию препятствий вследствие взаимного пересечения дислокаций; область II, по-видимому, представляет диффузию иона  $\text{Cl}^-$  при наличии высокой плотности дислокаций, так что имеет место короткозамкнутая диффузия вдоль дислокаций [231]; область III обусловлена собственной диффузией  $\text{Cl}^-$ . Экспериментальные данные, использованные для построения этой характеристики энергии активации, были получены в опытах, проведенных в различных диапазонах скорости ползучести и на соответствующих различных уровнях напряжения. Поскольку положение переходной области решающим образом зависит от уровня приложенного напряжения (см. рис. 129), вероятно, не следует придавать большого значения величинам температур перехода, указанным на рис. 138.

### *Образование субструктуры*

Ряд исследований высокотемпературной ползучести включал изучение с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) дислокационной субструктуры, образованной в процессе деформации (в качестве примера можно сослаться на эксперименты по  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [32, 232],  $\text{MgO}$  [192, 233, 234],  $\text{UO}_2$  [235]). В работе [236] сообщалось о подобных же наблюдениях, проведенных с помощью высоковольтной (1 мВ) электронной микроскопии на монокристаллах состава  $(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1,8} \text{MgO}$ .

В настоящее время имеется некоторая количественная информация о характере субструктуры, образующейся во время ползучести, и эти данные сходны с результатами, полученными на металлах. На рис. 139 представлены зависимости  $\epsilon$ ,  $\rho_s$  и  $A_v$  от деформации для монокристаллов  $\text{MgO}$ , испытанных на сжатие при температуре 1973 К и напряжении 60,8 МПа [237]. Как следует из рис. 139,  $\epsilon$  и  $\rho_s$  уменьшается, а  $A_v$  возрастает на первой стадии ползучести, однако оба этих показателя остаются без изменений в установившейся области. Так как значения  $\rho_s$ , измеренные при низкой общей деформации ( $\sim 0,2$ ), значительно выше, чем плотность вросших дислокаций  $\rho_0$ , то, по-видимому, на самых ранних стадиях деформации происходит весьма быстрое размножение дислокаций.

Данные, представленные на рис. 139, свидетельствуют о хорошем совпадении между измерениями, проведенными с помощью

ПЭМ, и результатами, полученными по ямкам травления. Такое совпадение действительно имело место для  $A_v$ , однако число дислокаций (а следовательно, и их плотность), определенные с помощью ПЭМ, превышали примерно вдвое значение, полученное по ямкам травления. Поэтому экспериментальные точки для  $\rho_s$ , определенные методом ямок травления, были откорректированы с помощью калибровочной кривой.

Некоторые экспериментальные результаты показывают хорошее совпадение с расчетными, полученными по уравнению (2.160). На рис. 140 приведены в качестве примера данные для монокристаллов LiF с ориентацией в направлениях  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , испытанных на сжатие при температуре  $700^\circ \text{C}$  [183]. По этим данным для

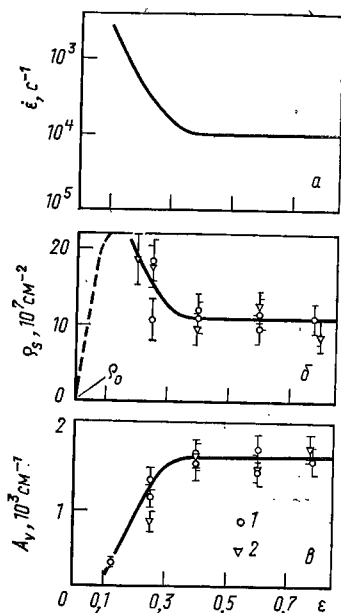


Рис. 139. Зависимость от деформации скорости ползучести  $\dot{\epsilon}$  (а), плотности дислокаций внутри субзерен  $\rho_s$  (б) и площади границ субзерен на единицу объема  $A_v$  (в) для монокристаллов MgO; 1 — результаты получены по ямкам травления; 2 — то же, с помощью ПЭМ

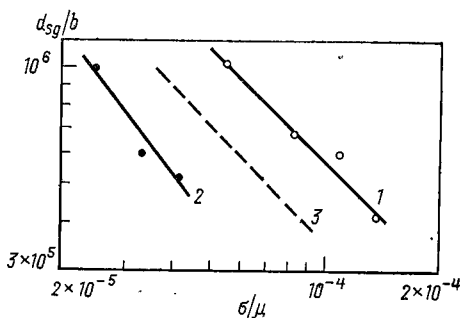


Рис. 140. Зависимость нормализованного размера субзерна  $d_{sg}/b$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для монокристаллов LiF, ориентированных в направлениях: 1 —  $\langle 100 \rangle$ ; 2 —  $\langle 111 \rangle$ ; 3 — наклон равен  $-1$

кристаллов, ориентированных в направлениях  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$ , приближенные значения  $B'_2$  составляют соответственно 25 и 55, что хорошо согласуется с величиной  $B'_2 \approx 50$ , полученной для ориентированных в направлении  $\langle 100 \rangle$  кристаллов NaCl [182], и  $B'_2 \approx 20$ , полученной при обобщении многочисленных экспериментальных данных по металлам [169]. Ряд других экспериментов также подтверждает зависимость  $d_{sg}$  от  $\sigma^{-1}$ , например для KCl [238], NaCl [204, 239] и оливина  $[(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4]$ , деформированного в экспериментальных и естественных условиях. Следует отметить, что некоторые эксперименты по LiF показывают, что  $d_{sg}$  пропорциональна  $\sigma^{-2/3}$  [241].

Уравнение (2.149) предопределяет, что  $\rho_t$  пропорциональна  $\sigma^2$ , и эта зависимость подтверждается экспериментальными данными,

полученными по методу ямок травления для чистых монокристаллов NaCl при измерениях в направлении, нормальном сжимающему напряжению (рис. 141) [239]. Это позволило предположить, что кажущееся отклонение от этой тенденции при высоких плотностях дислокации может быть следствием ошибок при использовании метода ямок травления, когда  $\rho_t > 10^7 \text{ см}^{-2}$ . Для поликристаллического MgO с помощью ПЭМ [242] получено прямое подтверждение справедливости уравнения (2.149), согласно ко-

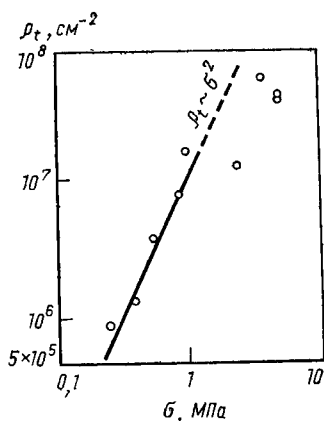


Рис. 141. Зависимость плотности дислокаций  $\rho_t$  от напряжения для монокристаллов NaCl

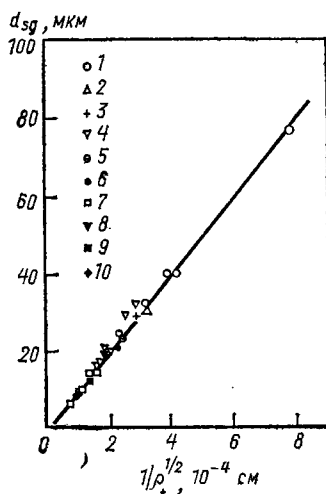


Рис. 142. Зависимость размера субзерна  $d_{sg}$  от  $1/\rho_t^{1/2}$  для монокристаллов особо чистого (1—7) и легированного (8—10) LiF при температурах испытания, °C: 1 — 800; 2 — 750; 3 — 700; 4, 8 — 650; 5 — 600; 6 — 550; 7, 9 — 500; 10 — 400

торому  $\rho_t \approx (\sigma/\mu b)^2$ , тогда как для LiF измерения по методу ямок травления показывают, что при постоянной температуре  $\rho_t$  пропорциональна  $\sigma$  [241].

Хотя подобных результатов не так уж много, они хорошо согласуются с уравнениями (2.149) и (2.160), которые применяли для металлов. Решая эти два уравнения, получаем

$$d_{sg} \approx B'_2 / \rho_t^{1/2}. \quad (2.181)$$

На рис. 142 представлена зависимость  $d_{sg}$  от  $1/\rho_t^{1/2}$  для монокристаллов LiF как особо чистого, так и легированного ( $1,11 \times 10^{-7}\% \text{ Mg}^{2+}$ ), которые были испытаны на сжатие при температурах от 400 до 800° C [243]. Результаты хорошо совпадают с уравнением (2.181) при значении  $B'_2 \approx 10$ .

Наличие проскальзывания по границам зерен в керамических материалах первоначально было весьма четко продемонстрировано с помощью бикристаллов  $\text{NaCl}$  и  $\text{MgO}$  [244]. Вслед за этой работой возможность проскальзывания как деформационного процесса в поликристаллической керамике, деформируемой при повышенных температурах, обосновывалась рядом косвенных наблюдений, таких как: перемещение маркерных линий на границах зерен [245—249]; образование трещин и пустот на границах зерен [116, 207, 223, 250—258]; образование на границах зерен ступенек, перпендикулярных поверхности образца [194]; существование изменений в преимущественной ориентации [259]; зависимость скорости деформации от размера зерна и наличие показателя степени у напряжения при неьютоновском вязком течении [260]. Позднее это подтвердилось наблюдениями, проведенными с помощью ПЭМ и показавшими на границах зерен пустоты [32, 261] и дислокации [262], а также наблюдениями, выполненными с применением СЭМ и показавшими смещения границ, перпендикулярных поверхности [28, 195]. Заключение о проскальзывании было сделано также и по величине экспериментально найденного показателя степени при напряжении: значение  $\eta = 1,8$  для  $\text{MgO}$  при сопоставлении его с уравнением (2.145) было интерпретировано, исходя из проскальзывания по границам зерен [263]; значение  $\eta = 1,9$  в кермете  $\text{UO}_2 - \text{Mo}$  тоже было интерпретировано, исходя из проскальзывания по аналогии со сверхпластичным поведением металлов, для которых показатель степени при напряжении обычно равен  $\sim 2$  [264]. В образцах керамики из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с низкой плотностью (65—95% теоретической) существование проскальзывания определяли из того факта, что показатель степени при напряжении близок к 2 и из наличия значительной пористости на границах зерен [265, 266].

До сих пор было предпринято весьма мало измерений на поликристаллической керамике для определения вклада деформации от зернограницного проскальзывания  $\epsilon_{gbs}$  в общую деформацию  $\epsilon_t$ . В табл. 9 собраны все имеющиеся в настоящее время данные, охватывающие результаты экспериментов с  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [195],  $\text{CaCO}_3$  [267],  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  [249],  $\text{MgO}$  [194, 268, 269] и  $\text{U}_{0,79}\text{Pu}_{0,21}\text{C}_{1,02}$  [270]. Для каждого материала приведены экспериментальные величины  $\sigma$ ,  $T$  и  $G$ , а также диапазон значений  $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$  и метод, использованный при получении этих результатов. Данные для трех материалов —  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  [268, 269] и сложного карбида урана и плутония — получали с помощью метода определения  $\epsilon_g$  по форме зерна, допуская, что  $\epsilon_d(t) \approx \epsilon_d(gt) \approx 0$ , и рассчитывая затем  $\epsilon_{gbs}$  по уравнению (2.175). Однако эта методика всегда дает ошибочно высокие значения для  $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$  [271], что и подтверждается табличными значениями, которые лежат в диапазоне 60—100%. Кроме того, результаты, полученные на  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , указывают, что

Т А Б Л И Ц А 9  
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ЗНАЧЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ  $\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$   
ДЛЯ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Материал	$\sigma$ , МПа	$T$ , К	$G$ , мкм	$\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$ , %	Метод измерения
$Al_2O_3$ [195]	82,7	1923	25—65	40—56	По профилю поверхности
$CaCO_3^*$ [267]	—	773— 1073	200	10—20	По маркерным линиям
$Fe_2O_3$ [249]	3,0— 30,0	1263	1,5 **	60	По конфигурации зерна
$MgO$ [268, 269]	6,9— 41,4	1473— 1773	13—68	100	То же
$MgO$ [194]	34,4— 103,3	1473	33—52	4—20	Интерферометрия
$U_{0,79}Pu_{0,21}C_{1,02}$ [270]	27,6— 41,3	1673— 1773	25	80—100	По конфигурации зерна

\* Испытания выполнены при постоянной скорости деформации, а не при постоянном напряжении.

\*\* В процессе ползучести происходил рост зерен: при достижении  $\varepsilon_t \approx 0,2$  величина  $G$  составила примерно 2 мкм.

измерения на этом материале проводились в таких условиях, когда, вероятно, важным деформационным процессом является и диффузионная ползучесть, так что полученные результаты, возможно, содержат вклад от относительного перемещения зерен по схеме, представленной на рис. 118. Данные для  $CaCO_3$  были получены при постоянной скорости деформации, а не при постоянном напряжении (или нагрузке). Непосредственно использовать полученные значения  $\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$ , выражая их как функцию эквивалентного уровня напряжения, невозможно в связи с тем, что постоянная скорость деформации соответствует на первой стадии ползучести непрерывно увеличивающемуся напряжению.

Надежные значения  $\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$  дают, по-видимому, только две группы результатов, приведенных в табл. 8 для  $Al_2O_3$  [195] и  $MgO$  [194], причем обе группы включают измерение составляющей  $u_2$  вектора проскальзывания (см. рис. 130); это было получено с помощью профилометра для  $Al_2O_3$  и интерференционного микроскопа для  $MgO$ . Экспериментальные результаты для этих двух материалов представлены в логарифмических координатах на рис. 143 в виде зависимости  $\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$  от  $\sigma/\mu$ . Завышенные значения  $\varepsilon_{gbs}/\varepsilon_t$ , полученные на  $Al_2O_3$ , можно не принимать во внимание, потому что величина проскальзывания зависит от условий эксперимента — напряжения, гомологической температуры и размера зерна. Приведенные результаты подтверждают две следующие тенденции, характерные для металлов [159]:

1. При постоянном напряжении возрастает роль проскальзывания по границам зерен с уменьшением размера зерна; это под-

тверждается результатами, полученными как на  $Al_2O_3$ , так и на  $MgO$  [194].

2. При постоянном размере зерна роль проскальзывания по границам зерен возрастает с уменьшением напряжения; это демонстрируется результатами, полученными на  $MgO$  при размерах зерна 33 и 52 мкм [194].

С теоретической точки зрения можно ожидать, что обе эти тенденции поменялись бы на противоположные при очень низких уровнях напряжения и малых размерах зерен [162], так как при этом возростала бы роль диффузионной ползучести. На практике относительное перемещение зерен, связанное с диффузионной ползучестью (см. рис. 118), приводит к смещению границ, которое затрудняет получение точных значений  $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$  в этих условиях.

Представление о зависимости проскальзывания по границам зерен от размера зерна можно получить по экспериментальным данным, полученным для  $MgO$  с помощью методики разработанной в работе [272].

Если  $\epsilon_g$  и  $\epsilon_{gbs}$  дают общим соотношением в форме уравнения (2.163), но при различных значениях для  $\Theta$ ,  $D$ ,  $m_g$  и  $\eta$ , то при постоянных напряжении и температуре величину  $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$  можно выразить как

$$\epsilon_{gbs}/\epsilon_t = \epsilon_{gbs}/\epsilon_t = (1 + B'_3 G^{m_g})^{-1}, \quad (2.182)$$

где  $m_g$  теперь уже представляет показатель степени у величины, обратной размеру зерна для случая проскальзывания по границам зерен, так как для  $\epsilon_g$  величина  $m_g = 0$ . На рис. 144 показана экспериментальная зависимость логарифма  $B'_3$  от  $m_g$  для двух размеров зерен при постоянном уровне напряжения 34,4 МПа. Так как, согласно определению,

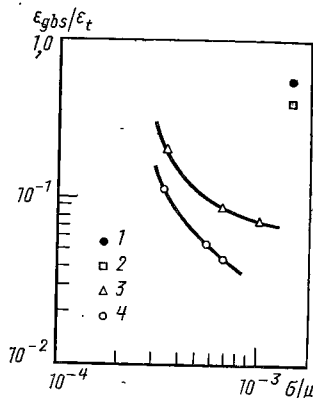


Рис. 143. Зависимость вклада проскальзывания по границам зерен в общую деформацию  $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для монокристаллов  $Al_2O_3$  [257] (1, 2) и  $MgO$  [272] (3, 4) при размере зерна и температуре соответственно: 1 — 25 мкм; 1923 К; 2 — 65 мкм, 1923 К; 3 — 33 мкм, 1473 К; 4 — 52 мкм, 1473 К

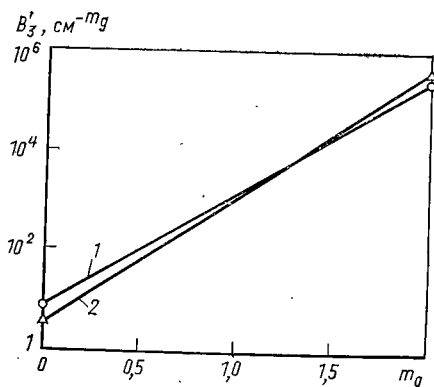


Рис. 144. Значение  $B'_3$  как функция показателя степени  $m_g$  при величине, обратной размеру зерна, при проскальзывании по границам зерен для  $MgO$  с двумя различными размерами зерна: 1 — 52 мкм; 2 — 33 мкм

$B'_3$  в этих условиях постоянна, точка пересечения двух линий соответствует  $m_g \approx 1,3$ . Этот результат согласуется с величиной  $m_g \approx 1,0$ , полученной из более обширных данных для металлов [163].

Полученные результаты относятся к материалам, для которых кристаллическое состояние сохраняется по всей поверхности границы зерен. Однако в некоторых материалах сдвиг по граням зерен может быть следствием присутствия расположенной на границах смазки в форме жидкой или жидкоподобной фазы. Примерами такой фазы могут служить; богатая фтором фаза, присутствующая в MgO [273]; мягкая урановая фаза в UC, содержащем небольшой избыток урана [274]; никелевая фаза в двухфазной системе  $Al_2O_3$  с добавкой Ni [275]; аморфная алюмокальциевая силикатная стеклофаза в  $Al_2O_3$  [276]; чешуйки слюды в метаморфических кварцитах [277]; зернограничные жидкости в оливине [278] и многие вещества ( $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $HCl$ ,  $H_2S$  и  $HF$ ) в метаморфических породах [279]. Значение второй фазы на границе зерен будет рассмотрено в разделе 2.7.6.

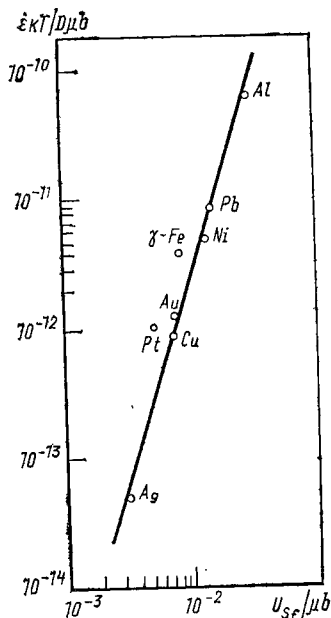


Рис. 145. Зависимость нормализованной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}kT/D\mu b$  от нормализованной энергии дефектов упаковки  $U_{sf}/\mu b$  для чистых металлов с г. ц. к. решеткой. Этот график можно использовать для оценки энергии дефектов упаковки керамических материалов

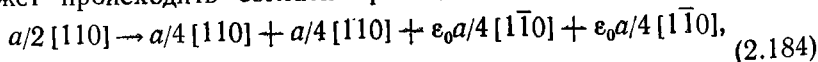
### Влияние энергии дефектов упаковки

Подробный анализ поведения при ползучести металлов с г. ц. к. решеткой показал, что при высоких уровнях напряжения, когда граничные механизмы не имеют суще-

ственного значения, т. е.  $m_g = 0$ , уравнение (2.163) заменяют уравнением [176]:

$$\dot{\epsilon} = \Theta' (D\mu b/kT) \Phi (U_{sf}/\mu b) (\sigma/\mu)^n. \quad (2.183)$$

Информация относительно дефектов упаковки в керамических материалах в настоящее время весьма ограничена, хотя диссоциация дислокаций наблюдалась с помощью ПЭМ в  $(Al_2O_3)_{1,8}MgO$  [280]. Полагали, что в ионных кристаллах со структурой типа хлористого натрия в плоскостях  $(1\bar{1}0)$  диссоциация дислокаций может происходить согласно реакции [281]





где  $\epsilon_0$  обычно имеет величину  $\sim 0,3$ , а два последних слагаемых представляют местное расширение кристаллической решетки, которое является необходимым условием для релаксации энергии, связанной с приведением в соприкосновение неодинаковых ионов во время реакции. Используя этот подход, были получены теоретические оценки энергии дефектов упаковки в кристаллах ряда различных галогенидов щелочных металлов [281, 282].

Кроме того, имеется способ оценки энергии дефектов упаковки непосредственно по данным о ползучести для тех кристаллов со структурой типа хлористого натрия, у которых показатель степени при напряжении близок к значению для г. ц. к. металлов ( $\eta \approx 5$ ) [283]. На рис. 145 представлена зависимость нормализованной скорости ползучести  $\epsilon kT/D\mu b$  при постоянном нормализованном напряжении  $\sigma/\mu = 2 \cdot 10^{-4}$  от безразмерного параметра — энергии дефекта упаковки  $U_{sf}/\mu b$  для восьми чистых г. ц. к. металлов, для которых имеются надежные данные о поведении при ползучести и известны значения  $U_{sf}$ . Эти результаты показывают, что функциональная зависимость в уравнении (2.183) может быть выражена как

$$\Phi(U_{sf}/\mu b) = (U_{sf}/\mu b)^3. \quad (2.185)$$

Воспользовавшись данными по ползучести, показанными на рис. 136, чтобы получить значения  $\epsilon kT/D\mu b$  при  $\sigma/\mu = 2 \cdot 10^{-4}$  для трех галогенидов щелочных металлов, можно затем по рис. 145 рассчитать соответствующие экспериментальные значения  $U_{sf}/\mu b$ , а отсюда и  $U_{sf}$ . Эти значения удовлетворительно согласуются с теоретическими оценками [281, 282]:

Материал	KCl	LiF	NaCl
$U_{sf}$ (теоретическое), эрг·см <sup>-2</sup>	161	330	195
$U_{sf}$ (экспериментальное), эрг·см <sup>-2</sup>	135	390	235

Более того, хотя диапазон значений  $\epsilon kT/D\mu b$  при  $\sigma/\mu = 2 \cdot 10^{-4}$  для чистых г. ц. к. металлов и трех галогенидов щелочных ме-

ТА Б Л И Ц А 10  
СРАВНЕНИЕ НОРМАЛИЗОВАННЫХ СКОРОСТЕЙ  
ПОЛЗУЧЕСТИ ПРИ  $\sigma/\mu = 2 \cdot 10^{-4}$  ДЛЯ ВОСЬМИ  
ЧИСТЫХ Г. Ц. К. МЕТАЛЛОВ  
И ТРЕХ ГАЛОГЕНИДОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ

Материал	$\epsilon kT/D\mu b$	$\frac{(\epsilon kT/D\mu b) \times}{\times (U_{sf}/\mu b)^{-3} \times 10^{-6}}$	Материал	$\epsilon kT/D\mu b$	$\frac{(\epsilon kT/D\mu b) \times}{\times (U_{sf}/\mu b)^{-3} \times 10^{-6}}$
Al	$7 \cdot 10^{-11}$	3,4	Pt	$1,0 \cdot 10^{-12}$	5,8
Pb	$9 \cdot 10^{-12}$	3,3	Cu	$9 \cdot 10^{-13}$	2,7
Ni	$5 \cdot 10^{-12}$	2,6	Ag	$5 \cdot 10^{-14}$	1,9
$\gamma$ -Fe	$4 \cdot 10^{-12}$	7,8	KCl	$9 \cdot 10^{-11}$	2,0
Au	$1,4 \cdot 10^{-12}$	3,6	LiF	$1,0 \cdot 10^{-10}$	6,1
			NaCl	$2 \cdot 10^{-10}$	3,5

таллов охватывает более трех порядков, табл. 10 показывает, что имеется хорошее совпадение между этими одиннадцатью материалами, когда нормализованная скорость ползучести выражена как  $(\dot{\epsilon} k T / D \mu b) (U_{sf} / \mu b)^{-3}$  и для трех галогенидов щелочных металлов использованы теоретические значения  $U_{sf} / \mu b$ .

Приведенные результаты дают полезные сведения для NaCl, KCl и LiF, однако для полного выяснения роли энергии дефектов упаковки при ползучести керамических материалов необходима дальнейшая работа.

### *Ползучесть керамики на основе твердых растворов*

По керамике на основе твердых растворов пока еще проведена весьма небольшая работа, но имеются уже интересные предварительные результаты.

Как известно, показатель степени при напряжении для чистых поликристаллических NaCl и KCl близок к 5 (см. рис. 136). Однако

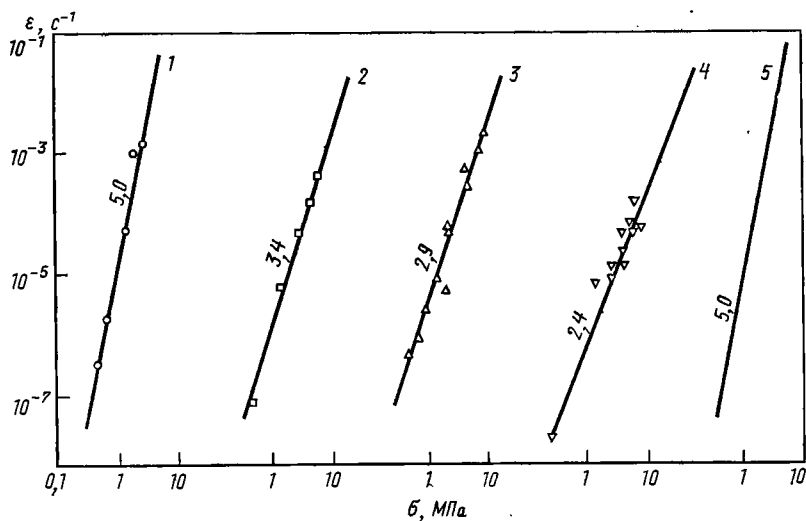


Рис. 146. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от напряжения  $\sigma$  для чистого KCl (1), чистого NaCl (2) и трех твердорастворных сплавов NaCl—KCl (3—5) с примерным содержанием NaCl соответственно 17, 49, 72% (мол.). Цифры на кривых — показатель степени при напряжении  $n$

в твердорастворных сплавах NaCl—KCl [193] этот показатель степени уменьшается до значения, близкого к 3, как это иллюстрируют данные рис. 146, полученные при  $600^\circ\text{C}$  для чистых материалов и трех сплавов. О подобном эффекте сообщалось также в работе [284] для монокристаллов CoO. Здесь показатель степени при напряжении составлял 4,6 для чистого CoO и 3,2 для CoO с 0,5% примесей.

Хотя данные по керамике на основе твердых растворов приводятся довольно редко, результаты, полученные для сплавов

NaCl—KCl, позволяют предположить, что поведение этих материалов подобно поведению металлических твердорастворных сплавов, которое четко разделяется на два самостоятельных класса [285]. Характеристика сплавов класса I может быть сведена к следующему: а) показатель степени напряжения близок к 5; б) имеет место мгновенная деформация при приложении нагрузки; в) кривая ползучести подобна кривой *A* на рис. 115; г) скорость установившейся ползучести зависит от энергии дефектов упаковки сплава; д) во время ползучести образуется правильный строй субзерен. В противоположность этому, поведение сплавов класса II характеризуется следующим: а) показатель степени при напряжении близок к 3; б) мгновенная деформация при приложении нагрузки мала или вовсе отсутствует; в) кривая ползучести подобна кривой *B* на рис. 115, хотя и можно наблюдать короткие участки первичной ползучести или как бы «перевернутой» первичной ползучести; г) скорость установившейся ползучести, по видимому, не зависит от энергии дефектов упаковки сплава; д) субзерна во время ползучести либо не образуются, либо образуются в меньшей степени, чем в материалах класса I.

Поведение класса I обычно связывают с процессом переползания дислокаций, который описывается уравнением (2.148), тогда как поведение класса II согласуется с механизмом скольжения, где на дислокации действует некоторая форма процесса вязкостного сопротивления, как это описано уравнением (2.152). Процессы скольжения и переползания представляют два последовательных механизма, поэтому измеренная скорость ползучести предопределяется более медленным процессом (см. раздел 2.7.3).

Условие отнесения сплава к классу II формулируется неравенством [285]

$$(B_{11}\sigma^2/k^2(1-\nu)(U_{sf}/\mu b)^3(D_{cl}/D_g) > T^2/(\Delta d_s)^2 C_{so} b^6, \quad (2.186)$$

где  $B_{11} \approx 8 \cdot 10^{12}$ . Критерий, даваемый уравнением (2.186), не выдерживается для случая высоких концентраций растворенных атомов, но хорошо совпадает с данными для достаточно разбавленных твердых металлических растворов.

Для сплавов NaCl—KCl форма кривых ползучести сходна с формой, характерной для сплава класса II, а экспериментальные результаты, кроме того, позволяют предположить, что величина  $D_{cl}$  связана с диффузией анионов, а  $D_g$  — с диффузией катионов [193]. По данным о диффузии для чистых материалов при температуре 600°С [220], отношение  $D_{cl}/D_g \approx 10^{-2}$ . На рис. 147 представлена логарифмическая зависимость величины  $T^2/\Delta d_s^2 C_{so} b^6$  от  $(U_{sf}/\mu b)^3 \sigma^2$ , полученная с использованием значения  $U_{sf}/\mu b$ , усредненного между NaCl и KCl (см. раздел 2.7.5) [286]. Линия *I* под углом 45° представляет критерий, устанавливаемый уравнением (2.186) при  $B_{11} \approx 8 \cdot 10^{12}$ , и отделяет поведение, контролируемое переползанием (класс I) слева от контролируе-

мого скольжением поведения (класс II) справа. Две горизонтальные линии показывают диапазон условий эксперимента, использованный для сплавов состава KCl — 16,8% NaCl (II) и NaCl — 27% KCl (III) при отношении  $D_{cl}/D_g$ , принятом равным  $10^{-2}$ ; эти результаты попадают в область, контролируемую скольжением,

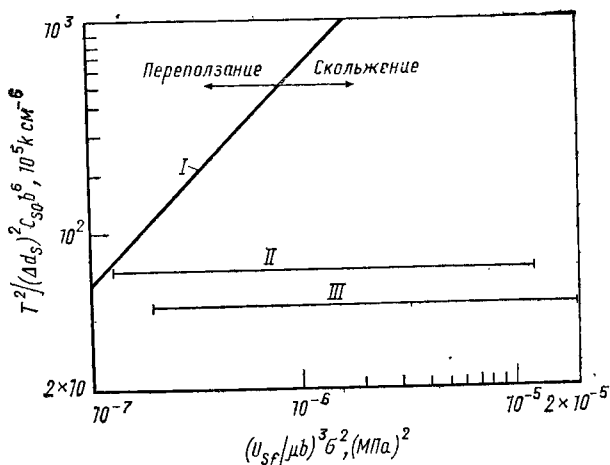


Рис. 147. Критериальная зависимость  $T^2/(\Delta d_s)^2 C_{s0} b^6$  от  $(U_{sf}/\mu b)^3 \sigma^2$ , представленная в логарифмических координатах и служащая для определения процесса (переползание или скольжение), контролирующего поведение сплава при ползучести

тем самым правильно предопределяя, что данные сплавы проявляют поведение класса II. Однако, для того чтобы определить, во всех ли случаях справедлив критерий, устанавливаемый уравнением (2.186) для прогнозирования характера поведения при ползучести неметаллических материалов, требуется больше экспериментов с керамикой на основе твердых растворов.

### 2.7.6. ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА ПОЛЗУЧЕСТЬ КЕРАМИКИ

Поведение керамики при ползучести обычно интерпретируют на основе механизмов деформации, предложенных для металлов. Однако эти механизмы были разработаны первоначально для теоретически плотной сплошной среды, в то время как конструкционная керамика неизбежно содержит поры, а часто и вторую фазу, расположенную на границах зерен. Поэтому целесообразно вкратце рассмотреть значение этих дополнительных факторов.

#### Пористость

Скорость установившейся ползучести, наблюдаемая в любых данных условиях эксперимента, обычно возрастает с увеличением пористости даже для относительной плотности, превышающей

95 % [287]. Это может возникать вследствие влияния пористости на три величины, входящие в уравнение (2.163): на напряжение, на модуль сдвига и на сложную связь, которая может существовать между безразмерной константой  $\Theta$  и пористостью, если, к примеру, внутризеренные поры поглощают или испускают дислокации или межзеренные поры влияют на процесс сдвига по границам зерен.

Последний эффект количественно оценить трудно и, вероятно, он зависит скорее от размера и распределения пор по их расположению (внутризеренные, по границам зерен или в точках тройного

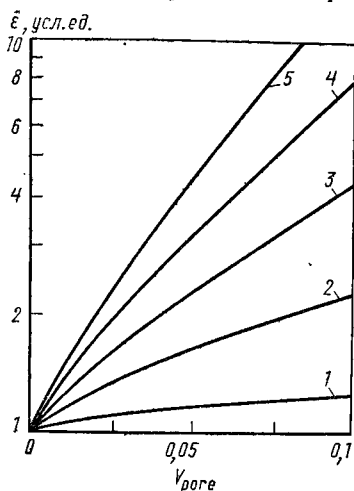


Рис. 148. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от объемной доли пор  $V_{\text{pore}}$  образцов со значением  $\eta$  от 1 до 5

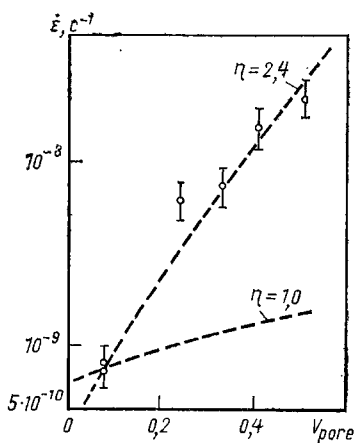


Рис. 149. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от объемной доли пор  $V_{\text{pore}}$  для поликристаллического  $\text{Al}_2\text{O}_3$

стыка), чем от общего объема пор. Однако уже по первым двум эффектам можно предположить, что уравнение (2.163) должно быть видоизменено для случая пористого материала следующим образом [388]:

$$\dot{\epsilon} = \Theta \frac{D_1 \mu b}{kT} \left( \frac{b}{G} \right)^{m_g} \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^{\eta} \left\{ \frac{[1 + (\omega'' V_{\text{pore}}/1 - (\omega'' + 1) V_{\text{pore}})]^{1-\eta}}{(1 - V_{\text{pore}}^{2/3})^{\eta}} \right\}, \quad (2.187)$$

где  $\omega'' \approx -4$  для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [289].

На рис. 148 представлена зависимость  $\dot{\epsilon}$  (в условных единицах) от величины  $V_{\text{pore}}$  при значениях  $\eta$  от 1 до 5. Из этой зависимости следует, что даже без учета какой-либо сложной связи между  $\Theta$  и  $V_{\text{pore}}$  уже при небольших изменениях в пористости происходит существенное увеличение  $\dot{\epsilon}$ , особенно когда показатель степени при напряжении значительно больше единицы.

На рис. 149 представлены экспериментальные данные, полученные для поликристаллического  $\text{Al}_2\text{O}_3$  с размером зерна 23 мкм и объемной долей пор от 0,08 до 0,50; при этом каждый образец был испытан в одних и тех же условиях по напряжению (4.14 МПа) и температуре (1275° С) [290]. Пунктирные линии обозначают зависимости, рассчитанные по уравнению (2.187) при значениях  $\eta$ , равных 1,0 (диффузионная ползучесть) и 2,4 (линия наилучшего приближения); эти линии проведены через точки, соответствующие экспериментальным данным при  $V_{\text{pore}} = 0,08$ . Приведенные результаты находятся в хорошем соответствии с линией  $\eta = 2,4$ , а это значение показателя степени при напряжении соответствует другим экспериментальным данным, полученным для  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в сопоставимых условиях [207, 208].

### Присутствие второй фазы

Несмотря на особую важность сведений о ползучести промышленных огнеупорных материалов, до сих пор сообщалось лишь об ограниченном числе исследований в этой области [116, 258, 291—297]. Основная проблема, связанная с этими системами, заключается в сложном характере микроструктуры и вытекающей из этого трудности интерпретации фазовых отношений. Тем не менее, имеющиеся пока ограниченные результаты указывают на близкое сходство с опубликованными данными для однофазных материалов, номинально имеющих теоретическую плотность. Например, для периклазового огнеупорного кирпича (~95—98%  $\text{MgO}$ ), испытанного на ползучесть в температурном интервале от ~1200° С до 1400° С, получено значение показателя степени при напряжении  $\eta$  в пределах от ~3,8 до 4,5, что позволяет предположить пластическое течение, обусловленное дислокационным процессом в кристаллической решетке [293]; в то же время для огнеупора из двуокиси циркония, стабилизированной окисью редкоземельного элемента—иттрия, содержавшего 10,4% (по массе) Y, с относительной плотностью ~95% найдена величина энергии активации ползучести при температурах в диапазоне 1400—1535° С такая же, как для катионной самодиффузии, а показатель степени при напряжении оказался близким к единице (~1,2—1,6); это позволяет предположить, что главная роль здесь принадлежит гранич-

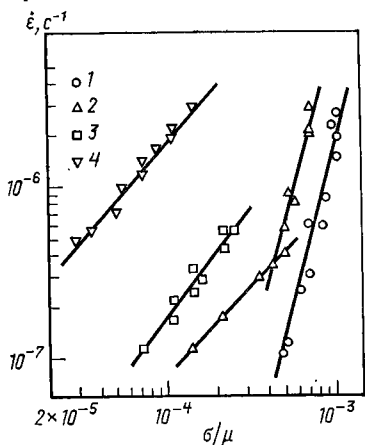


Рис. 150. Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  для образцов из  $\text{MgO}$ , содержащих 5%  $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \times \text{SiO}_2$ , при температурах испытания, °С:  
1 — 1200; 2 — 1300; 3 — 1400; 4 — 1450

стическое течение, обусловленное дислокационным процессом в кристаллической решетке [293]; в то же время для огнеупора из двуокиси циркония, стабилизированной окисью редкоземельного элемента—иттрия, содержавшего 10,4% (по массе) Y, с относительной плотностью ~95% найдена величина энергии активации ползучести при температурах в диапазоне 1400—1535° С такая же, как для катионной самодиффузии, а показатель степени при напряжении оказался близким к единице (~1,2—1,6); это позволяет предположить, что главная роль здесь принадлежит гранич-

ному механизму, такому как ползучесть Набарро—Херринга [116].

На рис. 150 представлен в логарифмических координатах график зависимости  $\dot{\epsilon}$  от  $\sigma/\mu$  для образцов из  $\text{MgO}$ , содержащих 5%  $\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$  и испытанных при 1200—1450° С [295]. В этом случае плотность материала составляла  $\sim 98\%$  от теоретической величины, отношение площади раздела между твердыми фазами ко всей площади межфазного раздела  $\sim 0,28$ , а распределение второй фазы сравнительно равномерное. Результаты экспериментов показывают, что при 1200° С, а также и при 1300° С для значений  $\sigma/\mu$ , больших чем  $\sim 4 \cdot 10^{-4}$ , показатель степени при напряжении составляет  $\sim 3,6$ — $3,8$ . Это значение близко к величине 3,3, полученной, согласно данным рис. 135, для однофазного поликристаллического  $\text{MgO}$  при 1200° С [188], что позволяет предположить существование решеточного механизма деформации. При двух самых высоких температурах, а также при 1300° С и  $\sigma/\mu$  ниже  $\sim 4 \cdot 10^{-4}$  показатель степени при напряжении составляет от  $\sim 1$  до 1,3. Эти значения близки к величинам, которые сообщались для  $\text{MgO}$ , содержавшей в качестве жидкой фазы  $\text{LiF}$  [273], и позволяют сделать предположение, что в данных условиях эксперимента ползучесть происходит по граничному механизму, такому как ньютоновское и псевдо-ньютоновское течение в граничной фазе —  $\text{LiF}$  [уравнение (2.131)].

#### 2.7.7. ДИАГРАММЫ МЕХАНИЗМА ДЕФОРМАЦИИ

Из предшествующего изложения, ясно, что точность прогнозирования деформации ползучести керамического компонента решающим образом зависит от установления характера механизма ползучести, доминирующего в заданных условиях службы наряду с определением основополагающих уравнений. В свою очередь, это требует проведения доброкачественных экспериментов по ползучести на соответствующем материале и в достаточно широких интервалах температуры и напряжений; кроме того, могут понадобиться и эксперименты по диффузии, чтобы получить однозначную идентификацию пути диффузии.

Полученные экспериментальные данные по поведению керамики при ползучести принято представлять в виде «диаграммы ползучести» [298] (теперь обычно называемой «диаграммой механизма деформации»). В настоящее время имеются два различных типа диаграмм механизма деформации, которые основаны на условиях либо постоянства размера зерна, либо постоянства температуры.

##### *Диаграммы механизма деформации при постоянном размере зерна*

Для этого типа диаграмм нормализованное напряжение  $\sigma/\mu$  или  $\tau/\mu$  наносят на график как функцию гомологической температуры  $T/T_m$  для выбранного размера зерна. Используя для описания

каждого известного механизма деформации наиболее подходящие из имеющихся основных расчетных уравнений, разделяют затем диаграммы на поля напряжения — температура, в пределах которых доминирует какой-либо один механизм деформации.

Такие диаграммы были разработаны для ряда металлов и некоторых керамических материалов [299—301]; на рис. 151 приведен пример такой диаграммы для поликристаллического MgO с размером зерна 10 мкм. Температурный интервал на этой диа-

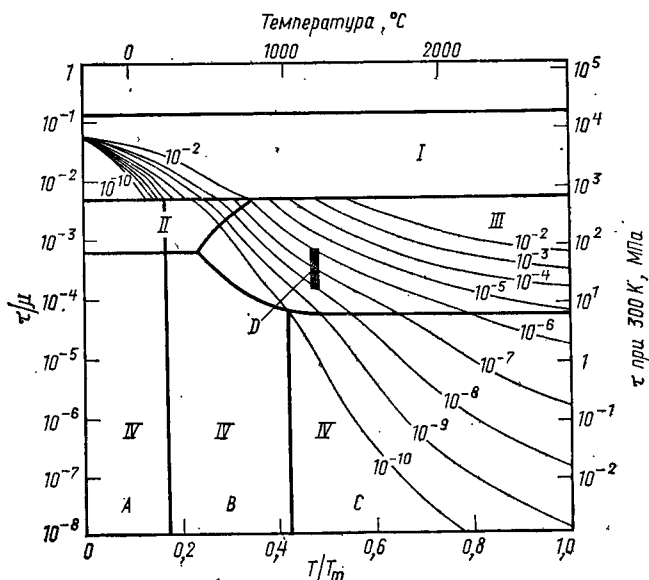


Рис. 151. Диаграмма механизма деформации для MgO при неизменном размере зерна 10 мкм. Цифры на кривых — скорость деформации,  $\text{с}^{-1}$ : I — скольжение дислокаций; II — низкотемпературная ползучесть; III — высокотемпературная ползучесть; IV — диффузионная ползучесть; A — собственная диффузия иона  $\text{Mg}^{2+}$  по границам зерен; B — примесная диффузия иона  $\text{O}^{2-}$  по границам зерен; C — то же, в решетке; D, — экспериментальные данные для MgO ( $\tau = 20 \div 80 \text{ МПа}$ ,  $\dot{\gamma} = 2 \cdot 10^{-8} - 2 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ , 1175—1225°C [188])

грамме простирается от абсолютного нуля до точки плавления MgO, а нормализованное напряжение сдвига охватывает восемь порядков от  $10^{-8}$  до 1,0, тем самым перекрывая всю область, представляющую практический интерес. Эта диаграмма идентична по форме схематическому представлению пластического течения (см. рис. 20), а рассуждения о четырех областях поведения, приводившиеся в части I, применимы также и к рис. 151.

Жирные линии на диаграмме служат границами между полями, и эти границы служат геометрическими местами точек, в которых скорости деформации двух смежных механизмов деформации равны. Верхняя линия при  $\tau/\mu \approx 10^{-1}$  представляет «идеальную прочность» MgO, основанную на теоретической прочности на сдвиг. Поле для скольжения дислокаций представляет механизм когда



диффузионно-контролируемые процессы слишком медленны, чтобы обеспечивать наблюдаемое поведение, и материал деформируется благодаря консервативному движению дислокаций посредством скольжения через решетку. При нормализованных напряжениях сдвига менее чем  $\sim 5 \cdot 10^{-3}$  поведение материала определяют диффузионно-контролируемые процессы ползучести, включая: высокотемпературную (ВТ) ползучесть, при которой скольжение дислокаций облегчается переползанием через препятствия, а доминирующим механизмом переноса вещества является диффузия в решетке; низкотемпературную (НТ) ползучесть, при которой происходит переползание посредством диффузии вдоль ядер дислокаций; диффузионную ползучесть, контролируемую несобственной диффузией ионов  $O^{2-}$  в кристаллической решетке ( $T/T_m > 0,42$ ), несобственной граничной диффузией ионов  $O^{2-}$  ( $0,17 < T/T_m < 0,42$ ) или собственной граничной диффузией ионов  $Mg^{2+}$ .

Как отмечалось в части I, пластическое течение в области скольжения дислокаций обычно ограничено присутствием препятствий в кристаллической решетке, таких как атомы растворенного вещества, выделения, лес дислокаций или барьер Пайерлса. Для контролируемой переползанием ВТ и НТ ползучести пластическая деформация создается скольжением, но скорость этой деформации определяется скоростью переползания. При размере зерна 10 мкм механизм диффузионной ползучести изменяется от решеточной диффузии Набарро—Херринга [уравнение (2.132)] при высоких температурах до диффузии Кобла по границам зерен [уравнение (2.134)] при температурах ниже  $\sim 0,42T_m$  (рис. 151). На практике эта температура перехода возрастает с уменьшением размера зерна, потому что уравнение (2.134) отражает более сильное влияние размера зерна, чем уравнение (2.132).

На рис. 151 показано также местоположение экспериментальных данных для  $MgO$ , приведенных ранее на рис. 135; эти результаты попадают в поле ВТ ползучести. Тонкие линии, пересекающие поля (рис. 151), являются изолиниями скорости деформации<sup>1</sup>. Таким образом, данная диаграмма позволяет путем подбора значений  $\tau/\mu$  и  $T/T_m$  находить для поликристаллического  $MgO$  с размером зерна 10 мкм как приближенную скорость установившейся деформации, так и механизм деформации, контролирующий эту скорость.

Диаграммы по типу представленной на рис. 151, но отличающиеся от нее тем, что в качестве верхнего предела по оси напряжения взяты данные о хрупком разрушении, были использованы для контроля поведения оксидного ядерного топлива при службе в реакторе [303], а сам этот подход, кроме того, был распростра-

<sup>1</sup> Можно также построить диаграммы с изолиниями времени релаксации  $t_r$ , определяемого как время, требуемое для получения деформации ползучести, величиной  $\sigma/\mu$ , т. е.  $t_r = \sigma/\mu\dot{\epsilon}$  [302].

нен на исследования конечной стадии уплотнения при спекании под давлением  $\text{CoO}$  [304],  $\text{NiO}$  [305] и  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  [306].

Диаграммы спекания по форме сходны с диаграммами механизма деформации, но используются для определения доминирующего механизма в процессе спекания порошкового материала [307]. На рис. 152 приведена в качестве образца диаграмма спекания для стехиометрического  $\text{UO}_2$  с радиусом частиц  $10^{-3}$  см. Диаграммы этого типа графически представляют зависимость

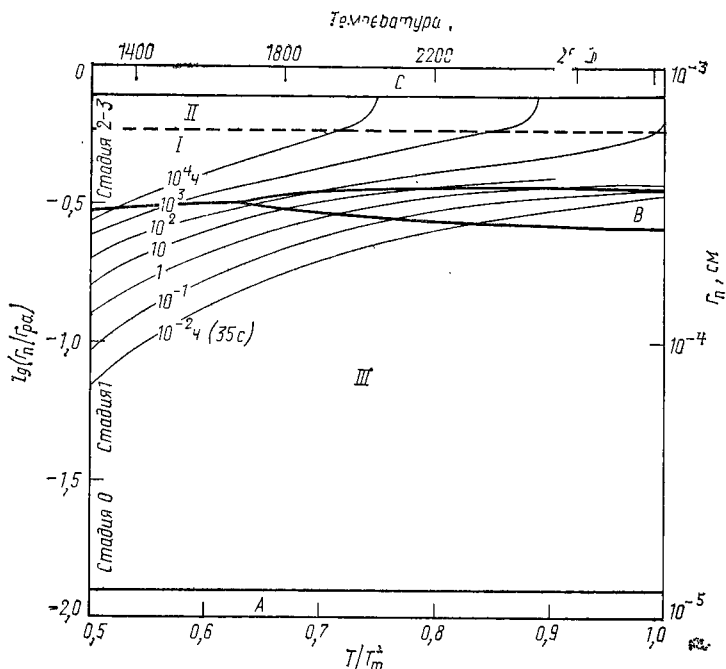


Рис. 152. Диаграмма спекания для порошкового компакта из стехиометрического  $\text{UO}_2$  ( $r_{pa} = 10^{-3}$  см,  $\Delta_i/\Delta_0 = 0,8$ ):

*I* — диффузия по границам зерен, начинающаяся со стадии *I*; *II* — то же, со стадий 2—3; *III* — диффузия по поверхности из поверхностного источника; *A* — адгезия; *B* — перенос вещества паром; *C* — полная плотность

нормализованного радиуса перешейка  $r_n/r_{pa}$  от гомологической температуры при постоянном размере частиц, где  $r_n$  — радиус диска контакта двух частиц, а различные поля диаграммы указывают на различные механизмы спекания, которые вносят основной вклад в рост перешейка. Тонкие линии представляют собой изолинии длительности спекания, указывая тем самым размер перешейка по истечении данного времени. При построении диаграмм такого типа приняты следующие два допущения: спекание происходит в отсутствие приложенного напряжения и поры не содержат никакого газа, кроме пара спекаемого материала. На рис. 152 представлены три обычные стадии спекания от первой

до третьей и дополнительная нулевая стадия, которая относится к мгновенному образованию перешейка, происходящему под действием межатомных сил, когда частицы порошка приведены в контакт.

### *Диаграммы механизма деформации при постоянной температуре*

Описанные в предыдущем разделе диаграммы механизма деформации относятся к условиям постоянного размера зерна, а диаграммы спекания — к постоянному радиусу частиц. Кроме них, может быть построена еще и другая диаграмма механизма деформации в виде графической зависимости нормализованного размера зерна  $G/b$  от нормализованного напряжения  $\sigma/\mu$  или  $\tau/\mu$  при постоянной температуре [308]. У этой формы построения диаграммы есть два преимущества. Во-первых, в случае простых систем индивидуальные поля разделены прямыми линиями, так что диаграмму весьма легко можно построить, не прибегая к помощи вычислительной машины. В противоположность этому, диаграммы, описанные в предыдущем разделе, строят с помощью вычислительной машины путем решения соответствующих основных расчетных уравнений, как правило, примерно по 6000 точек в координатах напряжение — температура. Во-вторых, рабочая температура в технических применениях обычно задается довольно точно, так что допустимыми переменными являются размер зерна (который определяется выбором соответствующей тепловой обработки) и напряжение (которое определяется разработкой целесообразной конструкции).

Способ построения диаграммы этого типа можно легко пояснить на примере, рассматривая данные по ползучести для поликристаллических  $Al_2O_3$ ,  $MgO$  и  $UC$  (см. рис. 135). По этим результатам можно получить эмпирическое уравнение для ползучести керамических оксидов и карбидов при высоких напряжениях, когда отсутствует зависимость от размера зерна. Получающаяся скорость установившейся ползучести для данного механизма, который (так как точный процесс деформации не известен) обозначен как «дислокационная ползучесть», выражается соотношением [126].

$$\dot{\epsilon} = 3 (D_{\text{дб}} b / kT) (\sigma/\mu)^3. \quad (2.188)$$

Однако предполагают, что в этих материалах встречаются также и диффузионная ползучесть Набарро—Херринга и Кобла, тем самым обеспечивая как минимум три возможных механизма деформации. Эти процессы описываются соответственно уравнениями (2.132) и (2.134); в данном анализе величина  $B_1$  была принята равной 40, а  $d_{gb} = 2b$ .

Способ построения деформационной диаграммы для  $MgO$  при  $1200^\circ C$ , т. е. при температуре, найденной по данным о пол-

зучести (см. рис. 135), наглядно показан на рис. 153, где значения  $G/b$  лежат в пределах от  $10^3$  до  $10^8$  (от  $\sim 0,3$  мкм до 3 см), а  $\sigma/\mu$  — в пределах  $1$  от  $10^{-7}$  до  $10^{-2}$ . Такой способ построения включает три следующие ступени [126, 308]:

1. Определяют положение границы между механизмами Набарро—Херринга и Кобла по соотношению

$$G/b = (\Theta_K / \Theta_{н.х}) (D_{gb} / D_I), \quad (2.189)$$

где  $\Theta_K = 66,8$  и  $\Theta_{н.х} = 28$ , являются значениями безразмерной константы  $\Theta$  в уравнениях соответственно Кобла и Набарро—Херринга, а величины  $D_{gb}$  и  $D_I$  рассчитаны для температуры  $^{2} 1200^{\circ}\text{C}$ . Граница, разделяющая области ползучести Набарро—Херринга и Кобла, представлена горизонтальной линией, проходящей через точку, определяемую по уравнению (2.189), так как оба эти механизма показывают одинаковую зависимость от напряжения.

2. По уравнению

$$\sigma/\mu = [\Theta_{н.х}^3 / \Theta_K^2 \Theta_c]^{1/\eta_c - 1} [D_I / D_{gb}]^{2/(\eta_c - 1)}, \quad (2.190)$$

где  $\Theta_c = 3$  — значение безразмерной константы, а  $\eta_c = 3$  — показатель степени при напряжении в уравнении (2.188) для дислокационной ползучести, находят нормализованное напряжение, соответствующее точке, в которой горизонтальная линия пересекает границу поля дислокационной ползучести.

3. Определяют наклон разграничительных линий между любыми двумя механизмами с показателями степени при напряжении  $\eta_1$  и  $\eta_2$  и показателями степени при величине, обратной размеру зерна  $(m_g)_1$  и  $(m_g)_2$ , с помощью выражения

$$\text{наклон} = (\eta_1 - \eta_2) / [(m_g)_1 - (m_g)_2]. \quad (2.191)$$

Следовательно, наклон границы между полями ползучести Набарро—Херринга и дислокационной ползучести составляет  $(\eta_c - 1)/2$  и равен в данном случае единице, а наклон границы между полями ползучести Кобла и дислокационной ползучести составляет  $(\eta_c - 1)/3$  и для  $\text{MgO}$  в данных условиях равен  $2/3$ . Таким образом, диаграмма механизма деформации для  $\text{MgO}$  при  $1200^{\circ}\text{C}$

<sup>1</sup> Лабораторные эксперименты обычно охватывают диапазон значений  $\sigma/\mu$  порядка  $10^{-4}$ — $10^{-3}$ , тогда как для конструкционных применений наибольший интерес представляет диапазон порядка  $10^{-6}$ — $10^{-4}$ .

<sup>2</sup> Из-за отсутствия четких данных о диффузии по границам зерен в керамике возможны расхождения в значениях, принятых разными исследователями для энергии активации зернограничной диффузии  $Q_{gb}$  и предэкспоненциального частотного фактора  $D_0 (gb)$ . Например, при построении диаграммы (рис. 151) было принято, что  $Q_{gb} (O_2-) = 173$  кДж·моль $^{-1}$  [301], в то время как на диаграмме механизма деформации, представленной в этом разделе, было принято, что  $Q_{gb} = 0,6Q_I$ , где  $Q_I$  — энергия активации для диффузии по решетке, причем для  $\text{MgO}$  она эквивалентна  $Q_{gb} (O_2-) = 156$  кДж·моль $^{-1}$ . В обоих случаях принято допущение, что  $D_0 (I) = D_0 (gb)$ .

завершается проведением линий с указанными наклонами через точку на горизонтальной линии, найденную по уравнению (2.190).

Для того чтобы нанести на диаграмму изолинии скорости деформации, требуются три дополнительные ступени [126, 308]:

1. В пределах установленного поля решают одно из основных расчетных уравнений. Например, положение изолинии, соответствующей значению  $\dot{\epsilon} = 10^{-10} \text{ с}^{-1}$ , в пределах поля дислокационной ползучести можно получить, представив уравнение (2.188) в виде

$$\sigma/\mu = [10^{-10} kT/3D_1 \mu b]^{1/3} \quad (2.192)$$

и проведя вертикальную линию через значение  $\sigma/\mu$ , полученное по этому уравнению, так как дислокационная ползучесть не зависит от размера зерна.

2. В пределах любого поля наклон изолинии скорости деформации дается отношением  $\eta/m_g$ , составляющим 1/2 для ползучести Набарро—Херринга и 1/3 для ползучести Кобла. Поэтому изолинию можно продолжить и в смежные поля посредством проведения прямых линий с данными наклонами из точек пересечения изолинии с границами поля.

3. На диаграмму могут быть дополнительно нанесены изолинии любых скоростей деформации, представляющих интерес, так как изменение величины  $\dot{\epsilon}$  на один порядок перемещает изолинию в направлении, продольном оси напряжения, на расстояние, соответствующее величине  $1/\eta$ . На рис. 153 показана изолиния для  $\dot{\epsilon} = 10^{-9} \text{ с}^{-1}$ , которая в пределах поля дислокационной ползучести смещена на расстояние  $1/\eta_c$  от линии для  $\dot{\epsilon} = 10^{-10} \text{ с}^{-1}$ . Таким образом, нанесение изолиний скорости деформации на диаграмму данного типа — задача, весьма простая по сравнению с той, которая возникает в случае диаграммы, представленной на рис. 151, где каждая в отдельности изолиния должна быть рассчитана с помощью вычислительной машины.

На рис. 154 представлена полная диаграмма механизма деформации для MgO при температуре 1200° С. Кроме того, на этой же диаграмме отмечена область напряжения и размера зерна, использованная при получении данных по ползучести MgO (см. рис. 135). Эта диаграмма несколько отличается от диаграммы, представленной на рис. 153, так как изолинии скорости деформации поблизости от границ между двумя смежными полями закруглены. Это закругление возникает вследствие того, что положения линий были рассчитаны вычислительной машиной и вблизи границы заметно сказывается влияние деформационного механизма смежного поля. Для большинства практических применений, однако, с достаточной точностью можно пользоваться упрощенной методикой, основанной на проведении прямых линий в пределах любого поля. Эта рекомендация верна еще и потому, что точность диаграммы не может быть выше, чем точность основных расчетных

уравнений, использованных для ее построения, а, по крайней мере на сегодняшний день, эта точность для керамических материалов ограничена из-за неопределенностей, связанных с относительными

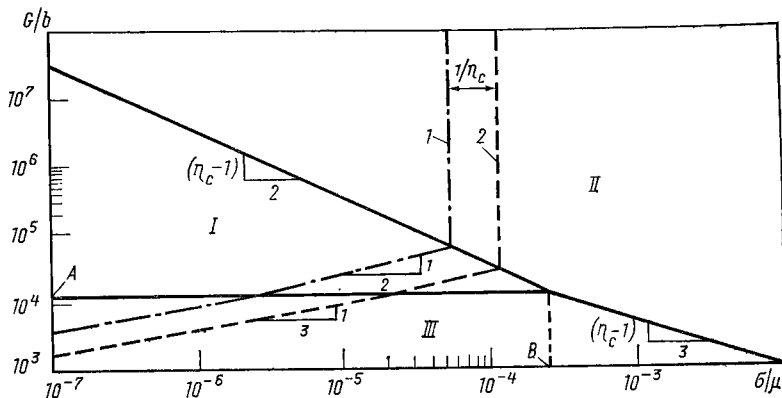


Рис. 153. Пример построения диаграммы механизма деформации для MgO при постоянной температуре 1200°C: I — ползучесть Набарро—Херринга; II — дислокационная ползучесть; III — ползучесть Кобля; A —  $(\Theta_{Co}/\Theta_{NH})(D_{gb}/D_I)$ ; B —  $(\Theta_{NH}^3/\Theta_{Co}^2\Theta_c)^{1/(\eta_c-1)}(D_I/D_{gb})^{2/(\eta_c-1)}$ ; 1 —  $\dot{\epsilon} = 10^{-10} \text{ с}^{-1}$ ; 2 —  $\dot{\epsilon} = 10^{-8} \text{ с}^{-1}$

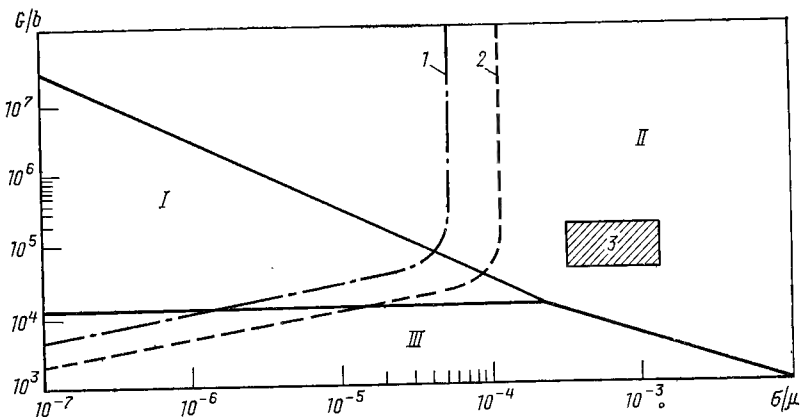


Рис. 154. Диаграмма механизма деформации для MgO при постоянной температуре 1200°C: 3 — область экспериментальных данных по работе [188]; остальные обозначения на рис. 153

величинами коэффициентов диффузии анионов и катионов как по границам зерен, так и до некоторой степени в кристаллической решетке.

В лабораторных условиях трудно измерить скорость деформации ниже чем  $\sim 10^{-9} \text{ с}^{-1}$ , что соответствует деформации несколько  $< 0,01\%$  в день. Таким образом, рис. 154 показывает, что наблюдать ползучесть Набарро—Херринга в поликристаллическом MgO

при температуре такой низкой, как  $1200^{\circ}\text{C}$ , было бы крайне трудно, так как лабораторные данные размещались бы справа от изолинии  $10^{-9}\text{ c}^{-1}$ . Изолиния для  $10^{-10}\text{ c}^{-1}$ , соответствующая величине деформации  $\sim 3\%$  за 10 лет, представляет собой верхнюю границу для многих проектных конструкционных критериев<sup>1</sup>. Нетрудно произвести построение новой диаграммы для другой температуры, — если она не меньше половины температуры плавления, — так как и механизм ползучести Набарро—Херринга, и механизм дислокационной ползучести зависят от диффузии

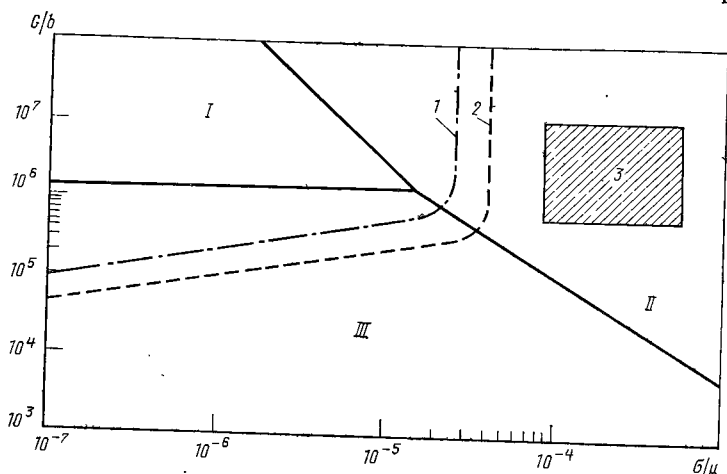


Рис. 155. Диаграмма механизма деформации для LiF при постоянной температуре  $500^{\circ}\text{C}$ ; 3 — область экспериментальных данных по работе [34]; остальные обозначения на рис. 153

в кристаллической решетке, и поэтому положение границы между их полями не зависит от температуры. Новую диаграмму получают путем решения уравнения (2.189) для заданной температуры путем проведения горизонтальной линии через соответствующее значение  $G/b$  до пересечения с линейной экстраполяцией границы между полями ползучести Набарро—Херринга и дислокационной ползучести и проведения границы между полями ползучести Кобла и дислокационной ползучести с наклоном, равным  $(\eta_c - 1)/3$ .

Такого типа диаграммы механизма деформации были построены для ряда керамических материалов [309], а на рис. 155 как пример показана диаграмма для LiF при  $500^{\circ}\text{C}$ . Кроме того, на рис. 155 отмечена область данных по ползучести поликристаллического LiF [34], приводившихся ранее (см. рис. 136).

<sup>1</sup> В технических характеристиках некоторых ядерных реакторов указан проектный предел деформации  $0,2\%$  за 200 тыс. ч, что соответствует скорости установившейся деформации  $\sim 3 \cdot 10^{-12}\text{ c}^{-1}$ .

## *Использование диаграмм механизма деформации для прогнозирования поведения при ползучести*

По мере того как все больше появляется информации о характере основополагающих зависимостей, диаграммы механизма деформации будут иметь все большее значение для ясного и наглядного представления данных по ползучести. В настоящее время их применение ограничивается неопределенностью величин, входящих в основные расчетные уравнения (особенно это касается коэффициентов диффузии), и тем, что пока не установлены и поэтому отсутствуют на диаграммах некоторые механизмы, которые могут играть основную роль в определенных условиях эксперимента. К примеру, диаграммы для керамики со структурой твердого раствора должны были бы включать переползание дислокаций и вязкое скольжение в качестве последовательных механизмов (см. раздел 2.7.5); имеется метод построения диаграмм для этих условий [310]. Кроме того, в имеющиеся диаграммы не было включено проскальзывание по границам зерен из-за неопределенностей, которые связаны с формой основополагающего уравнения и характером аккомодации проскальзывания посредством механизмов деформации решетки; способы включения в диаграмму проскальзывания в качестве деформационного процесса имеются [158, 311], но требуется больше экспериментальных данных, чтобы точно установить взаимоотношения между проскальзыванием и решеточными механизмами.

Диаграммы механизма деформации дают эффективный метод прогнозирования поведения при ползучести применительно к конструкционным проблемам, и в этом отношении отмечают четыре направления их использования [158]:

1. Диаграммы указывают механизм, контролирующий скорость ползучести при установившемся течении и связанную с ним скорость деформации, и обеспечивают инженера-проектировщика сведениями о различных механизмах деформации, которые могут существовать в различных частях нагруженного компонента вследствие изменений напряжений или температуры, или того и другого одновременно.

2. Диаграммы дают экспериментатору возможность улучшать существующие основополагающие соотношения путем проведения исследований внутри одного поля, а не вблизи границ между разными полями.

3. Указывая доминирующий механизм ползучести, диаграммы позволяют предполагать возможные процессы упрочнения для представляющих интерес условий. Например, к числу таких процессов относится создание выделений на границах зерен с целью замедления ползучести Набарро—Херринга или Кобла или создание внутризеренных выделений, для того чтобы замедлить движение дислокаций внутри зерен.



4. Диаграммы дают сведения, которые можно использовать, чтобы провести достаточно точную оценку общей деформации, накапливаемой в процессе долгосрочного воздействия напряжения и температуры. Точность оценки повышается, если имеются установки для испытаний на краткосрочную ползучесть того же самого материала, а деформация оценивается с помощью ускоренной методики, где время испытания компенсируется температурой.

## 2.8. МЕТОДИКА ОЦЕНКИ МАТЕРИАЛОВ

В предыдущих разделах обсуждались принципы оценки материалов. А теперь сформулируем методику оценки конструкционных возможностей керамических материалов.

Очевидно, что необходимые составные части методики оценки материала связаны с его назначением. Мы рассмотрим воображаемую область применения, для которой необходимо использовать все составные части методики, но подчеркнем, что на практике во многих случаях одну или несколько из них можно исключить.

Параметрами материала, которые определяются наиболее просто и надежно, являются параметры механики разрушения —  $K_{Ic}$ ,  $K_{ID}$ , а также зависимость  $v$  от  $K_I$ . Эти характеристики определяют у проверяемых материалов (материалов-кандидатов) наиболее подходящими методами в условиях, близких к условиям их эксплуатации. Сразу после этого можно ранжировать материалы, исходя из их чувствительности к удару с низкой скоростью и медленному росту трещин. Поведение при ударе весьма просто характеризуется отношением  $K_{ID}/K_{Ic}$ . Чувствительность к медленному росту трещин наиболее удобно классифицировать по времени до разрушения при постоянном напряжении. Относительный срок службы керамических материалов  $t_f^o$  при любом уровне приложенного напряжения с хорошим приближением получают из уравнения (2.18) путем подстановки вместо коэффициентов интенсивности напряжения значений длины трещин

$$t_f^o \sim (V \bar{a_0} / \alpha^*)^{n-2}. \quad (2.193)$$

Следовательно, повышенной чувствительностью к медленному росту трещин (малыми величинами  $t_f^o$ ), вообще говоря, отличаются материалы с большой  $\alpha^*$  и малым  $n$ . Однако относительная значимость  $n$  и  $\alpha^*$  зависит от  $a_0$ , и вопрос о влиянии небольших изменений этих величин на  $t_f^o$  нуждается в дополнительном изучении.

Вслед за тем необходимо получить характеристику распределения ранее существовавших дефектов по размерам. Это не так легко осуществить, и на предварительной стадии отбора материалов проведение подобных экспериментов нецелесообразно. Поэтому простейшим решением будет использовать испытания на изгиб для получения информации о размерах дефектов, создавая, од-

нако, что эти данные могут и не соответствовать распределению размеров дефектов в более крупном конструкционном компоненте.

Прочность при изгибе  $\sigma_{изг} = K_{Ic} Y \sqrt{a_0}$  можно затем в сочетании с параметрами медленного роста трещин использовать для построения диаграмм устойчивости к разрушению по типу представленных на рис. 88. Эти диаграммы могут быть затем использованы в порядке предварительного отбора материалов для конкретного применения, как схематически показано на рис. 156.

После того как завершен предварительный отбор материала, требуется уже информация о размере дефектов в данном компоненте. К сожалению, в настоящее время из-за ограниченного представления о статистике размеров дефектов и влиянии многоосного напряженного состояния указанная задача может быть достаточно обосновано решена

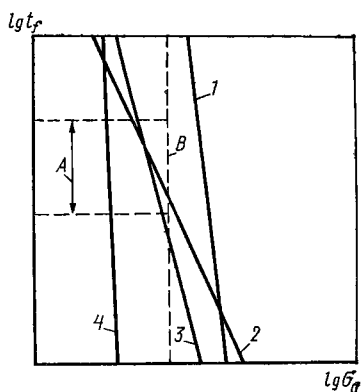


Рис. 156. Диаграмма для определения потенциальных возможностей четырех материалов по зависимости напряжение — срок службы при заданной (малой) вероятности разрушения, построенная по данным механики разрушения и испытаний на изгиб. Полностью отвечает требованиям по сроку службы при ожидаемом уровне напряжения только материал 1; материал 2 попадает на нижний предел диапазона срока службы;

A — диапазон ожидаемых требований по сроку службы; B — ожидаемое максимальное напряжение

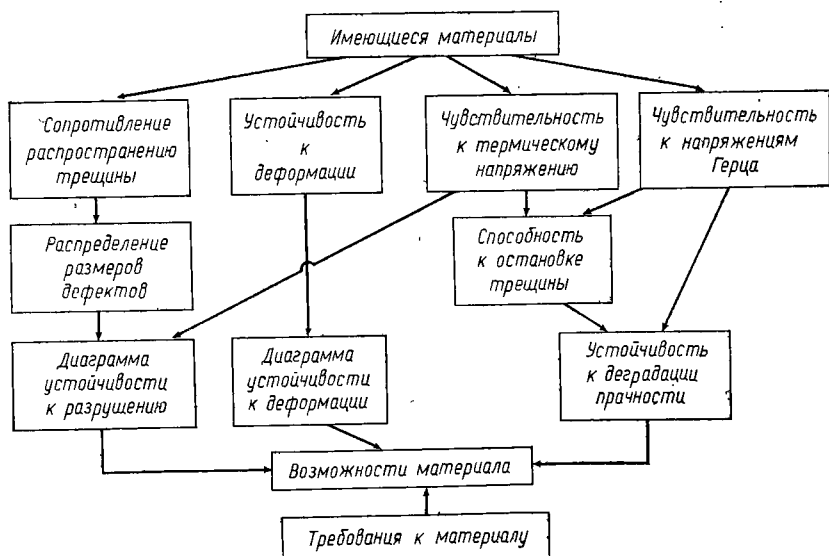


Рис. 157. Блок-схема методики оценки материалов для конкретных применений. Подразумевается, что материал химически совместим с окружающей средой

только путем дорогостоящих и длительных модельных экспериментов, проводимых на типичных компонентах. Можно надеяться, что в ходе дальнейшего развития методики оценки материалов удастся преодолеть этот недостаток методики.

На следующей стадии рассматривают характер ползучести проверяемых материалов-кандидатов. Прежде всего оценивают устойчивость соответствующих материалов к ползучести в типичных условиях эксплуатации. Затем можно производить дальнейший отбор материалов, основываясь на минимальной деформации при ползучести и сочетая ее с намеченными характеристиками долговечности. Для отобранных материалов можно затем заняться более детальным расчетом параметров ползучести, перейдя в последующем к построению диаграмм деформации, показанных на рис. 153—155. На этой стадии особых проблем не предвидится, так как методы исследования разработаны достаточно полно.

В заключение рассматривают распространение и остановку трещины в условиях термического и механического удара. Там, где возможно, следует определять коэффициенты интенсивности напряжения при остановке трещины. Затем для анализа термического напряжения необходимо измерить теплофизические свойства — коэффициент расширения, коэффициент теплопередачи, теплопроводность и т. д., а для анализа механического удара следует рассчитать критические нагрузки при контактном разрушении.

После того как все эти сведения будут получены, окажется возможным либо выбрать материал, который способен удовлетворительно работать по заданному назначению, либо установить границы применимости имеющихся материалов (и в зависимости от этого перенести центр тяжести на разработку материалов или на проектирование). Схематически этот метод представлен на рис. 157.

## ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РАЗРУШЕНИЯ

После того как выбран материал для конкретного применения, во многих случаях прибегают к прогнозированию разрушения, для того чтобы гарантировать удовлетворительную эксплуатационную характеристику материала. В этой области имеются весьма обнадеживающие достижения. Здесь представлено довольно подробное обсуждение различных методов.

Существует несколько возможных подходов к прогнозированию разрушения, для удобства их можно подразделить на три группы, основанные на анализе вероятности разрушения, дефектоскопии и расчете коэффициента интенсивности напряжения. Имеющиеся методики в соответствии с этой классификацией сведены в табл. 11.

ТАБЛИЦА 11  
СВОДКА МЕТОДИК ПРОГНОЗИРОВАНИЯ РАЗРУШЕНИЯ  
КОНСТРУКЦИОННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Информация	Метод
Вероятность разрушения Дефектоскопия (размер и конфигурация дефектов)	Определения разрушающего напряжения Радиография  Ультразвуковые методы (проницаемость, отражение, спектроскопия, поверхностные волны и т. д.) Пропитка красителем Экзозлектронная эмиссия Проверочные испытания с перегрузкой Акустическая эмиссия
Коэффициент интенсивности напряжения	

Очевидно, что наиболее эффективны те методы, которые непосредственно определяют коэффициент интенсивности напряжения, так как опасность разрушения связана исключительно с  $K_I$  [см. уравнения (2.18) и (2.24)]. Таким образом, там, где их правильно применяют, наиболее эффективны методы проверочных испытаний и акустической эмиссии. Менее эффективны методы дефектоскопии, поскольку для того, чтобы получить коэффициент интенсивности напряжения, требуется определить местоположение, размер и форму дефекта, а в случае керамических материалов, где ранее существовавшие дефекты малы ( $<200$  мкм), это особенно трудно. Наконец, наименее эффективны вероятностные методы, так как для них требуется исчерпывающая характеристика изготовленного материала и они малопригодны для выявления «недолговечных партий», которые неизбежно встречаются в производственных условиях.

Основная часть последующего обсуждения, таким образом, посвящена двум методикам, которые обеспечивают наибольшую и непосредственную возможность эффективного прогнозирования разрушения в керамических системах: методам проверочных испытаний и акустической эмиссии.

### 3.1. ПРОВЕРОЧНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

Согласно методу проверочных испытаний, требуется, чтобы к компоненту до его введения в конструкцию прикладывалось повышенное напряжение  $\sigma_p$ . Величина этого напряжения определяется по характеристикам распространения трещин в материале и будет гарантировать, что компонент в эксплуатации не выйдет из строя, пока не пройдет некоторое минимальное время  $t_{\min}$ .

Проверочные испытания с перегрузкой эффективны в том случае, если в каждом элементе изделия испытательное напряжение превышает напряжение, возникающее в этом элементе при эксплуатации, по крайней мере, в  $R$  раз (где  $R = \sigma_p/\sigma_a$  — проверочное отношение), а также тогда, когда во время проверочного испытания не происходит непрерывной деформации или смещений в структуре материала.

Анализ результатов проверочного испытания относительно прост. Принцип его основан на том, что в компонентах, которые выдержали проверочные испытания, коэффициент интенсивности напряжения  $K_{I_p}$  при проверочном напряжении  $\sigma_p$  не может превышать критический коэффициент интенсивности напряжения  $K_{I_c}$  [1, 2], в противном случае при испытании компонент должен был бы разрушиться. Математически это выражается в виде

$$\sigma_p^2 Y^2 a_p \leq K_{I_c}^2, \quad (3.1)$$

где  $a_p$  — размер дефекта при проверочном напряжении. Однако размер дефекта в конце проверочного испытания, который становится равным размеру ранее существовавшего дефекта в компоненте, определяет время до разрушения при эксплуатационном уровне напряжения. Следовательно, введение условия, сформулированного в уравнении (3.1), в анализ срока службы (см. раздел 2.2) дает минимально возможное время до разрушения компонента после проверочного испытания [3]:

$$t_f \geq [2/(n-2) \alpha^* \sigma_a^2 Y^2 K_{I_c}^{(n-2)}] [(\sigma_p/\sigma_a)^{n-2} - 1] \equiv t_{\min}. \quad (3.2)$$

Это соотношение удобно выразить в виде графика зависимости  $\lg t_{\min}$  от  $\lg \sigma_a$  при различных проверочных отношениях, для того чтобы построить диаграммы проверочных испытаний, как показано на рис. 158. Ожидаемые сроки службы без проверочного испытания (см. часть 2) также могут войти в ту же самую диаграмму, если имеется соответствующая информация о прочности при быстром разрушении. Тогда можно будет легко определить уча-

сток диаграммы время—напряжение, где проверочное испытание является существенной мерой предосторожности. Например, если  $t_1$  — требуемый срок службы компонента (рис. 158), а  $\sigma_1$  — максимальное напряжение в эксплуатации<sup>1</sup>, то прогнозируемая вероятность разрушения составит  $<10^{-4}$ ; это приемлемая для многих приложений вероятность, и проверочные испытания в таком случае обычно не нужны. Если бы, однако, эксплуатационное напряжение увеличилось до  $\sigma_2$ , то вероятность разрушения без проверочных испытаний стала бы  $>10^{-2}$ ; это вообще недопустимо высокая вероятность, и потребуются проверочные испытания (с проверочным отношением  $\sim R_3$ ), для того чтобы обеспечить

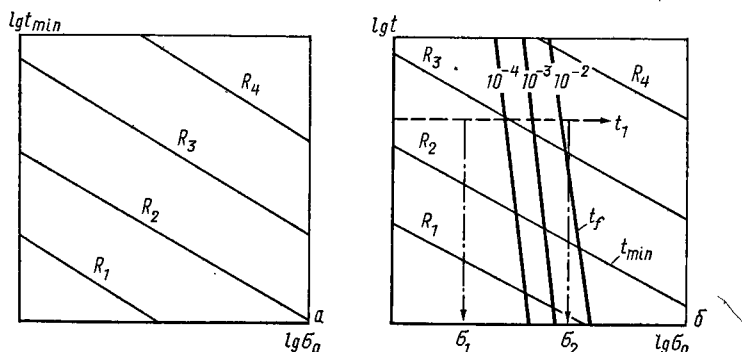


Рис. 158. Диаграмма проверочного испытания с перегрузкой, показывающая соотношение между минимальным сроком службы и эксплуатационным напряжением при различных проверочных отношениях  $R$  (а), и статистическая диаграмма разрушения (см. рис. 88), наложенная на диаграмму проверочного испытания (б);  $R_4 > R_3 > R_2 > R_1$ , наклон кривых  $R_1-R_4$  равен  $-2$

удовлетворительную эксплуатационную характеристику. Для особо ответственных компонентов, выход из строя которых вообще не допускается, всегда нужны проверочные испытания или другой столь же эффективный метод контроля (если он существует). Диаграммы проверочных испытаний и примеры их применения можно найти в работах [4—8].

Следовательно, смысл проверочных испытаний состоит в том, что компоненты, которые разрушились бы в службе до достижения ожидаемой долговечности конструкционного узла, разрушаются при испытаниях.

Очевидно, что как принципы проверочных испытаний с перегрузкой, так и разработка и применение диаграмм проверочных испытаний весьма просты. Однако на практике при проведении проверочных испытаний следует соблюдать определенные предосторожности, которые заслуживают специального рассмотрения.

<sup>1</sup> Это напряжение обычно определяют анализом по методу конечных элементов.

### 3.1.1. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ПРОВЕРОЧНЫХ ИСПЫТАНИЙ

#### *Расчет параметров*

При рассмотрении соотношения (3.2) для минимального срока службы заметно, что прогнозы весьма чувствительно зависят от параметров медленного роста трещины  $n$  и  $\alpha^*$  и критического коэффициента интенсивности напряжения  $K_{Ic}$ . Поэтому необходимо, чтобы эти величины были точно определены и относились именно к ранее существовавшим дефектам, которые приводят к разрушению компонента. Мы уже отмечали возможные расхождения между условиями распространения малых ранее существовавших трещин и более крупных трещин, используемых в исследованиях по механике разрушения (часть I). Поэтому необходимо получать параметры, используемые для построения диаграмм проверочных испытаний, с помощью методов как механики разрушения, так и испытаний на прочность. Испытания на прочность связаны с большим расходом времени и материала и поэтому рекомендуются для прогнозирования разрушения, только когда выбор материала уже был произведен; их обычно не рекомендуют в качестве стандартных методик оценки материалов. Существуют два основных способа испытания на прочность: определение времени до разрушения при постоянном напряжении и определение прочности при разрушении с постоянной скоростью подъема напряжения.

*Метод постоянной скорости подъема напряжения.* Прочность при разрушении  $\sigma_f$  с постоянной скоростью подъема напряжения  $\dot{\sigma}$  связана с прочностью в отсутствие медленного роста трещин при одном и том же размере ранее существовавших дефектов соотношением [9, 10]

$$\sigma_f^{n+1} = [2(n+1)/\alpha^* Y^2 (n-2) K_{Ic}^{n-2}] \dot{\sigma} S^{n-2}. \quad (3.3)$$

Следовательно, при равнозначных вероятностях и совместимых совокупностях дефектов отношение прочностей при разрушении с двумя различными скоростями подъема напряжения  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  составляет

$$(\sigma_f)_1/(\sigma_f)_2 = (\dot{\sigma}_1/\dot{\sigma}_2)^{1/(n+1)}, \quad (3.4)$$

что, очевидно, можно использовать для расчета  $n$ . Требование равнозначных вероятностей и совместимых распределений дефектов представляет собой основное практическое ограничение. По существу это требование диктует необходимость строгого отбора образцов с тем, чтобы получить как можно более лучшую эквивалентность размеров дефектов в каждой партии; требуется также проводить большое число измерений прочности, чтобы с удовлетворительной точностью выражать вероятность, связанную с данными измерениями прочности (см. часть 2). Полученные данные

можно обрабатывать несколькими способами. Простейший и наиболее рациональный способ состоит в использовании медианной прочности; однако рекомендуется также контролировать совместимость распределений путем оценки постоянства отношения прочностей  $(\sigma_f)_1/(\sigma_f)_2$  при нескольких выбранных уровнях вероятности.

Если к тому же проведены измерения прочности в отсутствие медленного роста трещин для определения  $S$ , то из уравнения (3.3) можно найти и параметр  $\alpha^*$ . Здесь также сравнения должны производиться при эквивалентном размере дефектов.

*Метод постоянного напряжения.* Сходную серию экспериментов можно провести при постоянном напряжении  $\sigma_a$ , чтобы получить время до разрушения  $t_f$ . Соотношение, используемое в этом случае, выведено из уравнения (2.18) [10]:

$$t_f = [2/\alpha^* Y^2 (n-2) K_{Ic}^{n-2}] S^{n-2} / \sigma_a^n. \quad (3.5)$$

Поэтому при постоянной вероятности и постоянном распределении размеров дефектов отношение времени до разрушения при двух напряжениях  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  составляет

$$t_{f1}/t_{f2} = (\sigma_2/\sigma_1)^n. \quad (3.6)$$

Величина  $n$ , таким образом, определяется из соотношения времен до разрушения, если приняты те же меры предосторожности, что и при измерениях с постоянной скоростью подъема напряжения. Величину  $\alpha^*$  также можно определить, если измерена прочность  $S$  в отсутствие медленного роста трещин.

Когда параметры  $n$  и  $\alpha^*$ , найденные по испытаниям на прочность, совпадают с величинами механики разрушения, построение диаграмм проверочных испытаний становится вполне определенным. Если же они различаются, возникает дилемма, связанная с выбором соответствующих величин. Для относительно крупных компонентов критические ранее существовавшие трещины по своему размеру будут занимать промежуточное положение между трещинами, исследованными по методу прочности (на малых образцах) и по методам механики разрушения. В выбор подходящих величин необходимо, таким образом, внести некоторый элемент рассуждения, но обычно используют те величины, которые дают наиболее скромный подсчет времени до разрушения.

### *Разгрузка при проверочных испытаниях*

В идеальном случае проверочное испытание будет проходить в отсутствие медленного роста трещин. Тогда никаких сомнений, связанных с практическим использованием анализа, не возникает. К сожалению, медленный рост трещин при проверочном испытании не всегда возможно исключить, а раз так, требуются дополнительные предосторожности, особенно во время разгрузки. Медленный рост трещин при проверочном напряжении  $\sigma_p$  не вносит осложне-



ний, потому что условие, представленное уравнением (3.1),  $K_{I\rho} \leq K_{Ic}$ , все же соблюдается. Однако во время разгрузки может происходить дополнительное распространение трещин, если скорости разгрузки относительно низкие. Следовательно, нужно прогнозировать степень этого роста трещин как функцию скорости разгрузки и соответственно видоизменить прогнозы разрушения [11].

Очевидно, что скорость разгрузки должна превышать некоторую минимальную величину, чтобы проверочное испытание дало значимый результат, т. е. предсказало минимальное время до разрушения больше нуля. Условие минимальной скорости по существу совпадает с условием, согласно которому во время разгрузки не происходит разрушения, т. е. начальная скорость разгружения должна приводить к уменьшению величины  $K_I$  [11]

$$dK_I/dt < 0. \quad (3.7)$$

Скорость разгрузки  $\dot{\sigma}$ , соответствующую этому условию, легко найти из основного соотношения разрушения [уравнение (1.5)] посредством его дифференцирования по времени:

$$dK/dt = (\sigma Y/2 \sqrt{a}) da/dt + Y \sqrt{a} (d\sigma/dt), \quad (3.8)$$

что после подстановки в уравнение (3.7) дает

$$\dot{\sigma} > \sigma_p^3 v_p Y^2 / 2 K_{I\rho}^2, \quad (3.9)$$

где  $v_p$  и  $K_{I\rho}$  — скорость роста трещины и коэффициент интенсивности напряжения непосредственно перед разгрузкой. Единственная гарантия, которую дает проверочное испытание, состоит в том, что  $K_{I\rho} \leq K_{Ic}$ ; отсюда получаем следующее условие для начальной скорости разгрузки [11]:

$$\dot{\sigma} > \sigma_p^3 v_{Ic} Y^2 / 2 K_{Ic}^2 \equiv \dot{\sigma}_{\min}. \quad (3.10)$$

Имеет смысл подставить в это соотношение типичные величины, чтобы установить заданный диапазон скоростей разгрузки. Воспользовавшись в качестве примера известково-натровым стеклом с обычным эксплуатационным напряжением  $\sim 10$  МПа, получим, что для проверочного испытания, проводимого в воде, потребуется скорость разгрузки, равная, по крайней мере,  $10^3$  МПа·с<sup>-1</sup>, т. е. время разгрузки  $< 10^{-2}$  с. Для большинства испытательных установок это совершенно неприемлемая величина. Выход из этого положения, к счастью, возможен с помощью величины  $v_{Ic}$  для тех материалов, у которых на кривой медленного роста трещин не наблюдается независимая от окружающей среды область III. Отметим, что верхний предел  $v_{Ic}$  зависит от характера области II кривой (см. рис. 86) в газообразной среде, и эту предельную величину можно менять посредством регулирования окружающей среды (для стекла посредством регулирования влажности). Полагают, что вполне рационально и относительно просто осуществлять

во время проверочных испытаний такое регулирование, которое позволит поддерживать влажность на уровне не ниже  $\sim 1\%$ . Это соответствует  $v_{1c} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$ , что дает время разгрузки от проверочного напряжения  $< 10^2 \text{ с}$ , а это уже вполне осуществимо.

Следовательно, при надлежащем регулировании условий проверочных испытаний можно получать эффективные гарантии точности определения минимального времени до разрушения в отсутствие области III кривой медленного роста трещины; однако мы вновь подчеркиваем, что, если на практике нужно будет располагать этими гарантиями, важно подвергать анализу условия проведения проверочного испытания.

Дальнейшая аналитическая разработка позволяет теперь получить минимальное время до разрушения, исходя из скорости разгрузки от проверочного напряжения, если эти скорости больше вышеуказанной минимальной величины  $\dot{\sigma}$ . Этот результат может быть выражен в виде

$$t_{\min}^{\circ} = t_{\min} \left( \frac{a_b}{a_p} \right)^{-(n-2)/2} \times \left[ 1 - \frac{n-2}{n+1} \frac{K_{Ib}/K_{Ic}}{\xi (a_b/a_p)^{3/2}} \right], \quad (3.11)$$

Рис. 159. Зависимость отношения длин трещин  $a_b/a_p$  от переменной  $\xi$ . Цифры на кривых — нормализованные скорости разгрузки  $\xi$

где  $\xi$  — параметр, который зависит от скорости разгрузки [11]:

$$\xi = 2K_{Ic}^2 \dot{\sigma} / Y^2 \sigma_p^3 v_p \equiv \dot{\sigma} / \dot{\sigma}_{\min}, \quad (3.12)$$

а  $a_b/a_p$  получают из

$$a_b/a_p = (\xi + 2)/3\xi [\cos(z/3) + \sqrt{3} \sin(z/3)]^2, \quad (3.13)$$

$$\text{где } \cos^2 z = (K_{Ib}/K_{Ic})^2 \xi [3/(\xi + 2)]^3.$$

Это соотношение в виде графика представлено на рис. 159 для нескольких типичных значений нормализованной скорости разгрузки  $\xi$ . Очевидно, что в типичных случаях, когда  $K_{Ib}/K_{Ic} \geq 0,8$ , при  $\xi \geq 10$  отношение  $a_b/a_p \leq 1,04$ . Следовательно, для типичных значений  $n$  ( $n > 20$ )  $t_{\min}^{\circ} \geq 0,54 t_{\min}^{\circ}$ . Отсюда следует, что при скорости разгрузки на один-два порядка больше минимальной [уравнение (3.10)] прогнозы минимального времени до разрушения, сделанные с помощью диаграмм проверочных испытаний, практически подтверждаются.

Когда на кривой медленного роста трещины область III существует, скорость в начале быстрого разрушения настолько велика ( $> 10^{-2} \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}$ ), что не может быть никаких гарантий точности оп-

ределения долговечности. Однако, как было показано, проверочные испытания все же остаются плодотворным методом [7, 11], так как они позволяют значительно уменьшить вероятность разрушения в службе по сравнению с вероятностью разрушения без проверочных испытаний. Окончательный результат представляет собой [11]

$$P_{fp} = P_f \frac{m}{(n-2)} \left( \frac{t}{t_{\min}^0} \right)^{(n^*-2)/(n-2)} \left( \frac{\sigma_p}{S_{\min}} \right)^{n^*-2}, \quad (3.14)$$

где  $S_{\min}$  выражается как

$$S_{\min} = \frac{K_{lc}}{Y} \left\{ \frac{(n^*-2) A^* Y^{n^*} \sigma_p^{n^*}}{2} \left[ t_p + \frac{(t_L + t_u)}{(n^*+1)} \right] \right\}^{1/(n^*-2)}. \quad (3.15)$$

Подстановка типичных для керамических систем величин в уравнение (3.14) показывает, что  $P_{fp}$  на много порядков меньше  $P_f$ , когда  $t < t_{\min}^0$  [7]. При  $n^* = n$  и больших значениях  $n$  ( $\geq 20$ ) уравнение (3.14) сводится к выражению

$$P_{fp} = P_{fm} \left( \frac{n+2}{n-3} \right) \left( \frac{\sigma_a}{\sigma_p} \right)^n \frac{t}{[(n+1)t_p + t_u + t_L]}. \quad (3.16)$$

## 3.2. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ

Когда трещины прерывисто движутся в хрупких материалах, излучаются волны напряжений, которые могут обнаруживаться преобразователем, прикрепленным к компоненту [12]. Обычно в используемых для этой цели преобразователях под действием волны напряжения зависимость электрическое напряжение — время проявляется в форме затухающей синусоиды (рис. 160). Прибор настраивается так, чтобы давать один импульс каждый раз, когда электрическое напряжение превысит заранее установленный порог  $V_t^0$  (рис. 160); следовательно, число импульсов на каждый акустический «акт»  $N_a$  зависит от порогового электрического напряжения. При затухающем синусоидальном сигнале  $N_a$  находится из соотношения [13]

$$N_a \propto \ln(V_i^0/V_t^0), \quad (3.17)$$

где  $V_i^0$  — начальное выходное напряжение на преобразователе. Величина  $V_t^0$  должна быть связана с акустической энергией, выделяемой во время одного акта. Полагают, что эта связь выражается в форме [13]

$$\Delta E_g \propto (V_i^0)^2, \quad (3.18)$$

что дает

$$N_a \propto \ln(\sqrt{\Delta E_g}/V_t^0). \quad (3.19)$$

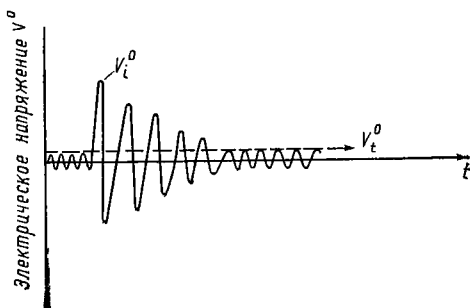


Рис. 160. Схема затухания электрического напряжения под действием волны механического напряжения:  
 $V_i^0$  — пиковое (начальное) электрическое напряжение;  $V_t^0$  — чувствительность прибора

Таким образом, число импульсов на один акт (амплитуда акта) представляет собой относительно слабую функцию акустической энергии в том случае, если порог  $K_{IC}$  превышен значительно. Поэтому мы часто обнаруживаем, что в керамических системах средняя амплитуда для серии акустических актов преимущественно не зависит от внешних переменных (напряжение, коэффициент интенсивности напряжения и т. д.) [6, 14, 15]. Число импульсов акустической эмиссии  $N$ , получаемое при исследовании разрушения, будет служить хорошим показателем числа микроскопических актов разрушения, из которых складывается макроскопический процесс разрушения. Например, если  $N_e$  — число актов, интенсивность акустической эмиссии становится равной

$$dN_t/dt = \bar{N}_a (dN_e/dt), \quad (3.20)$$

где  $\bar{N}_a$  — приблизительно постоянная величина.

Эту особенность акустической эмиссии можно с большой пользой применить в исследованиях разрушения. Для целей прогнозирования разрушения наиболее полезным является соотношение между интенсивностью акустической эмис-

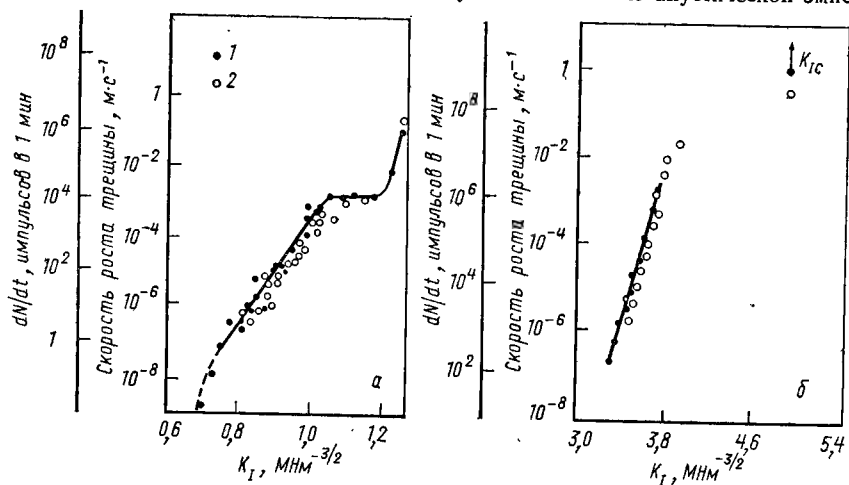


Рис. 161. Взаимосвязь между скоростью распространения трещины, коэффициентом интенсивности напряжения и интенсивностью акустической эмиссии при медленном росте трещины для фарфора (а) и для оксида алюминия (б): 1 — скорость распространения трещины; 2 — интенсивность акустической эмиссии

сии и скоростью роста трещины. Можно предположить, что число актов разрушения во время распространения макротрещины в конструкционной керамике зависит от микроструктуры, например пропорционально размеру зерна, расстоянию между частицами и т. д., так что

$$dN_e/dt \propto (1/G_m) da/dt. \quad (3.21)$$

Подставляя этот результат в уравнение (3.20), получим

$$dN_t/dt \propto (\bar{N}_a/G_m) da/dt. \quad (3.22)$$

Следовательно, ожидается, что интенсивность акустической эмиссии, вызванная расширением первичной трещины, непосредственно связана со скоростью первичной трещины. Зависимость, которая весьма напоминает этот прогнозируемый результат, типична для керамических систем, как показано на рис. 161, а и б для фарфора и оксида алюминия. В общем виде данные (для импульсов, достаточных превышающих пороговое значение) могут быть описаны соотношением

$$dN_t/dt = \beta_0 K_I^{n_0} \equiv (\beta_0/(\alpha^*)^{1/n}) (da/dt)^{n_0/n}, \quad (3.23)$$

где  $n^\circ/n$  близко к единице. Интенсивность акустической эмиссии служит, таким образом, непосредственной мерой коэффициента интенсивности напряжения, и в этом заключаются ее ключительные возможности как метода прогнозирования разрушения; например, решая уравнение (3.23) с уравнением для определения времени до разрушения (2.18), получаем [6]

$$t = \frac{2}{\alpha^{* (n-2)} \sigma_a^2 Y^2} \left\{ \left[ \frac{\beta_0}{(dN_t/dt)} \right]^{(n-2)/n^\circ} - \frac{1}{K_{Ic}^{n-2}} \right\}. \quad (3.24)$$

Таким образом, принципы испытания с помощью акустической эмиссии также весьма просты, как и в случае проверочных испытаний, однако и здесь на практике существуют ограничения, и они требуют тщательного рассмотрения.

### 3.2.1. ПРАКТИЧЕСКИЕ ОГРАНИЧЕНИЯ МЕТОДА

Основные трудности, связанные с испытаниями по методу акустической эмиссии, состоят в необходимости исключить из рассмотрения акустические сигналы от явлений, не относящихся к росту макротрещины, который приводит к разрушению. Существует несколько затемняющих картину источников эмиссии как внутри, так и вне керамического компонента, однако уже появляются перспективные методы, которые позволяют выделять эмиссию, связанную с ростом трещины.

#### *Внутренние источники*

Основным источником внутренней эмиссии в керамических материалах является микрорастрескивание, которое связано с образующимися при механической обработке поверхностными трещинами, имеющими размер субзерен и расположенными у крупных включений, пор и т. д. Эти акты микрорастрескивания могут быть сильным источником эмиссии, однако, к счастью, недавняя аналитическая разработка [6, 14, 15] позволяет довольно полно охарактеризовать эмиссию за счет микрорастрескивания. Поэтому такую эмиссию часто можно отличить от эмиссии, возникающей за счет роста макротрещины. Более того, этот источник эмиссии может оказаться даже весьма полезным для того, чтобы контролировать развитие остаточных напряжений в керамических компонентах, находящихся под нагрузкой, если керамическая система доохарактеризована до достаточно хорошо [15].

Число актов микрорастрескивания, которые происходят под действием приложенной нагрузки, определяется вероятностной функцией микроурушения. При обычном механическом испытании только небольшая доля имеющихся потенциальных источников  $N_m$  переходит в макротрещины, и поэтому обычно можно пользоваться следующим приближенным соотношением для низких вероятностей [6]:

$$N_e/(N_m + 1) \propto (S/S_0)^m. \quad (3.25)$$

Когда число актов микрорастрескивания не влияет на медленный рост трещин, уравнение (3.25) можно использовать непосредственно для подсчета интенсивности акустической эмиссии в различных условиях нагружения. Обычно используют условия постоянной скорости нагружения  $\dot{\sigma}$ ;  $\dot{\sigma} = \sigma/t$  и так как микроурушение происходит, когда приложенное напряжение достигает величины  $S$ , используя уравнения (3.20) и (3.25), можно получить

$$dN_t/dt \propto \bar{N}_a (\dot{\sigma}/\sigma_0)^m \overline{d(t_a^m)}/dt$$

или

$$\overline{dN_t/dt} \propto \bar{N}_a \sigma^{m-1} \dot{\sigma}. \quad (3.26)$$

Обратим внимание на то, что  $dN_t/dt \rightarrow 0$ , когда  $\dot{\sigma} \rightarrow 0$ , т. е. в условиях постоянного напряжения не ожидается никакой акустической эмиссии.

В керамических материалах микроразрушению способствует медленный рост трещин, так что число актов разрушения становится зависимым от времени. Зависимость от времени можно учесть, используя функциональное соотношение  $K - V$  для медленного роста трещин. Мы будем использовать соотношение  $v = \alpha^* K_1^n$ , которое обсуждалось в части 2. Подробная форма соотношения для акустической эмиссии зависит от напряженного состояния и от того, возрастает, убывает или остается постоянной нагрузка [15].

При постоянной скорости нагружения  $\dot{\sigma}$  интенсивность акустической эмиссии для поверхностного микрорастрескивания составляет [15]

$$\frac{dN_t}{dt} \propto \bar{N}_a \sigma^{[m(n+1)-n+2]/(n-2)} \dot{\sigma}^{(n-m-2)/(n-2)}, \quad (3.27)$$

а интенсивность акустической эмиссии вследствие внутреннего микрорастрескивания описывается уравнением (3.26).

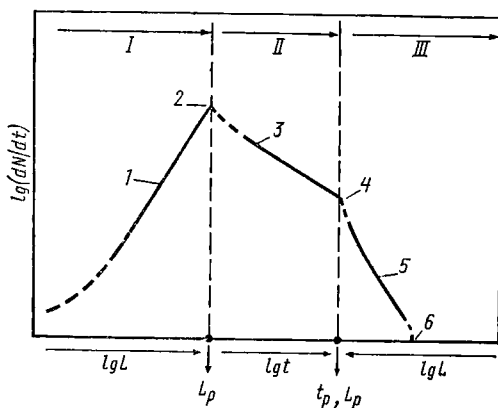


Рис. 162. Интенсивность акустической эмиссии вследствие микроразрушения для полного цикла нагрузки; I — нагрузка; II — выдержка; III — разгрузка; 1 —  $\sim (m-1)$ ; 2 —  $(dN/dt)_t, p + (dN/dt)_s, p$ ; 3 —  $\sim (m/n-1)$ ; 4 —  $(dN/dt)_u$ ; 5 —  $\sim n$ ; 6 —  $L_c$

В условиях постоянного напряжения акустическая эмиссия возникает исключительно вследствие микрорастрескивания вблизи поверхности и (за исключением небольших продолжительностей) выражается

$$dN_t/dt \propto \bar{N}_a \sigma^{mn/(n-2)} \dot{\sigma}^{(m-n+2)/(n-2)}. \quad (3.28)$$

При разгрузке с постоянной скоростью  $\dot{\sigma}_u$  необходимо учитывать число микротрещин, которые образовались при нагружении и выдержке, и окончательный результат для акустической эмиссии при разгрузке составит [15]

$$\frac{dN_t}{dt} \propto \left( \frac{dN_t}{dt} \right)_p \left( \frac{\sigma}{\sigma_p} \right)^n \left[ 1 + \frac{[1 - (\sigma/\sigma_p)^{n+1}] t_u}{(n+1) t_p + t_L} \right]^{(m-n+2)/(n-2)}, \quad (3.29)$$

где  $(dN_t/dt)_p$  — интенсивность акустической эмиссии при пиковой нагрузке непосредственно перед разгрузкой.

Сочетание соотношений, приведенных в уравнениях (3.27)—(3.29), описывает характер акустической эмиссии, ожидаемый при любом данном цикле нагрузки, как схематически показано на рис. 162. Любые отклонения от этого поведения могут быть отнесены за счет роста макротрещины или неидеального развития напряжений в системе, и эти отклонения могут быть выражены количественно при анализе указанных процессов.

Рост макротрещины в системе, в которой проявляется акустическая эмиссия от микротрещин, проиллюстрирован на рис. 163 на примере поликристаллического оксида алюминия, находящегося под постоянным напряжением. Микро-растрескивание в этом материале происходит в первую очередь у поверхностных

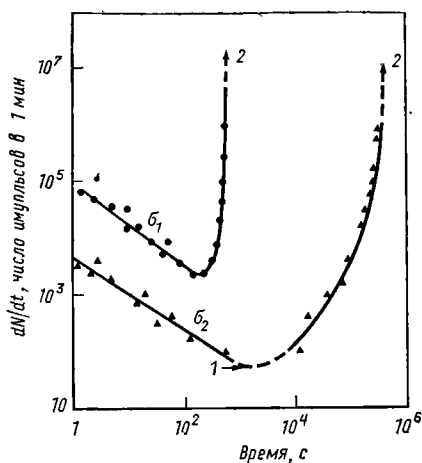


Рис. 163. Зависимость интенсивности акустической эмиссии в поликристаллическом оксиде алюминия от времени при постоянном напряжении (для двух различных уровней напряжения): 1 — интенсивность фоновой эмиссии; 2 — разрушение;  $\sigma_1 = 2\sigma_2$

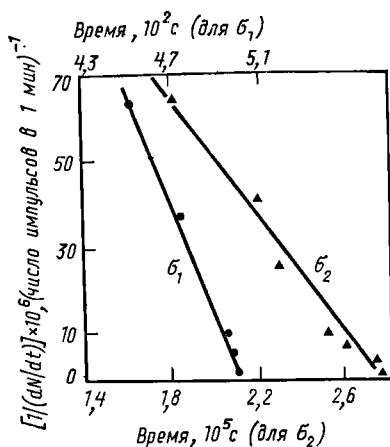


Рис. 164. Соответствие теоретически предсказанного характера временной зависимости интенсивности акустической эмиссии в области ее роста (см. рис. 163) экспериментально наблюдаемому для оксида алюминия;  $\sigma_1 = 2\sigma_2$

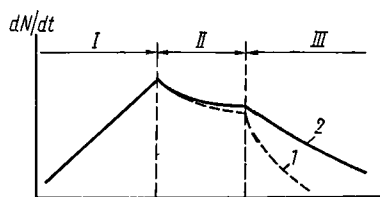


Рис. 165. Акустическая эмиссия, полученная во время проверочных испытаний фарфоровых изоляторов, в сравнении с акустической эмиссией, ожидаемой при обратимом цикле нагрузки: I — нагружение; II — выдержка; III — разгрузка; 1 — теоретически предсказанная эмиссия для обратимого цикла; 2 — измеренная эмиссия

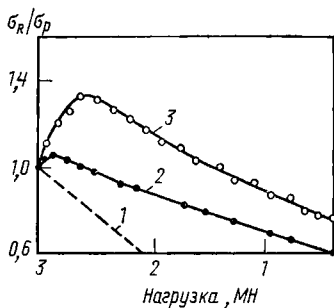


Рис. 166. Приближенная оценка «необратимого» напряжения, создающегося во время проверочных испытаний изоляторов, полученная по измерению акустической эмиссии: 1 — напряжение, ожидаемое для обратимой системы; 2 — медленная разгрузка; 3 — быстрая начальная нагрузка

дефектов, созданных механической обработкой, которые переходят в поверхностные трещины, близкие по размеру к размеру зерна. Как и предсказано уравнением (3.28), акустическая эмиссия за счет микрорастрескивания со временем уменьшается. Но как только начинается рост макротрещин, ожидается и рост интенсивности акустической эмиссии, выражаемый [14]

$$(dN_t/dt)^{-1} \approx (dN_t/dt)_i^{-1} - \frac{\alpha^* \sigma_a^2 Y^2 (n-2) t}{2\beta_0}, \quad (3.30)$$

где  $(dN_t/dt)_i$  — интенсивность акустической эмиссии за счет роста макротрещин при исходном нагружении. Рост интенсивности эмиссии (рис. 163) согласуется с этим соотношением для роста макротрещины (рис. 164). Следовательно, несмотря на эмиссию за счет микрорастрескивания, можно получить хорошее описание разрушения, если уровень напряжения не настолько велик, чтобы полностью доминировала эмиссия от микротрещин (т. е. разрушение должно происходить за короткое время).

Использование акустической эмиссии (от микрорастрескивания) для контроля развития напряжений иллюстрируется рис. 165, который представляет данные об акустической эмиссии, полученные во время проверочных испытаний фарфоровых изоляторов [16]. Общий характер сходен с поведением, ожидаемым для обратимой системы (см. рис. 162), однако детальный анализ показывает, что интенсивность акустической эмиссии во время разгрузки излишне велика (рис. 165). Эта «излишняя» эмиссия почти наверняка связана с необратимым проворачиванием изоляторов в шапке арматуры. Интенсивность эмиссии может быть использована для приближенного подсчета с помощью уравнения (3.29) величин необратимого напряжения в период разгрузки. Результаты подсчетов приведены на рис. 166, который показывает, что происходит значительное повышение напряжения и что даже при снятии внешней нагрузки имеется некоторое «остаточное» напряжение.

Отсюда можно заключить, что микрорастрескивание не обязательно будет препятствовать прогнозированию разрушения с помощью метода акустической эмиссии.

### *Внешние источники*

Внешние источники эмиссии преимущественно связаны с эффектами проскальзывания (трения), пластической деформацией (главным образом в смежных металлических компонентах) и вибрацией (или турбулентностью). Эмиссии от указанных источников намного труднее различать между собой и отделять от эмиссии за счет роста макротрещины или микрорастрескивания. И действительно, эти источники представляют в настоящее время основное препятствие на пути использования акустической эмиссии для решения широкого круга проблем, связанных с прогнозированием разрушения. Для отделения этих внешних эмиссий разрабатывается несколько способов, причем в этом уже достигнуты значительные успехи. Характеристика эмиссии от внешних источников может быть получена с помощью комбинированного использования нескольких методов: пространственного разложения (триангуляции), амплитудного и частотного анализов. Все эти методы сложны и требуют сложного приборного оборудования и исчерпывающего анализа возможных источников эмиссии. К настоящему моменту имелось очень мало примеров использования этих методов в керамических системах, хотя в этом направлении предпринимаются значительные усилия.

## **3.3. ДРУГИЕ МЕТОДЫ**

Все другие методы, которые использовались для прогнозирования разрушения, основаны на стремлении выявить в компоненте самые крупные дефекты. Эти методы включают радиографию (рентгеновскими лучами или нейтронами) и ультразвук. Рентгеновская радиография может обнаруживать крупные включения,



такие как карбид вольфрама, однако метод имеет ряд строгих ограничений по обнаружению и разрешающей способности.

Ультразвуковые методы обладают намного большими возможностями, особенно для твердых тел. Они основываются на возмущении волн напряжений, создаваемом дефектами в структуре материала и обнаруживаемом воспринимающей аппаратурой. Для подвода и приемки ультразвуковых сигналов существует много способов с различной степенью сложности. Более простые способы, такие как непосредственное прозвучивание и отражение, обладают не настолько всеобъемлющей способностью к обнаружению дефектов, чтобы их можно было рассматривать как эффективные методы контроля конструкционных керамических компонентов.

Разрешающая способность этих методов наверняка возрастет с использованием усреднения сигнала; кроме того, в керамике могли бы найти применение тонкая ультразвуковая спектроскопия и методы, выдающие информацию в виде изображения, широко используемые в настоящее время в медицинских исследованиях.

Применение ультразвука для обнаружения дефектов в материалах находится в начальной стадии развития, и в течение последующих лет мы, возможно, станем свидетелями многих важных достижений в этой области.

К части 1

1. R. W. DAVIDGE and A. G. EVANS, *Mater. Sci. Eng.* **6** (1970) 281.
2. P. C. PARIS and G. C. SIH, ASTM, STP 381 (1965) 30.
3. A. S. TETELMAN and A. J. MCEVILY, *Fracture of Structural Materials* (1967), Wiley, New York.
4. W. F. BROWN and J. E. SRAWLEY, ASTM, STP 410 (1967).
5. A. S. TETELMAN and A. G. EVANS, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 17 (1974), Plenum, New York.
6. G. R. IRWIN, *Fracture, Handbuch der Physik*, Vol. VI (1958), Springer, Berlin.
7. A. G. EVANS, *Phil. Mag.* **22** (1970) 841.
8. S. M. WIEDERHORN, Mechanical and thermal properties of ceramics, NBS Spec. Publ. 303 (1969) 217.
9. E. OROWAN, *Welding* **34** (1955) 157.
10. J. J. GILMAN, *Trans. AIME* **209** (1957) 449.
11. S. M. WIEDERHORN, *J. Am. Ceram. Soc.* **52** (1969) 99.
12. S. N. WIEDERHORN, *J. Am. Ceram. Soc.* **52** (1969) 485.
13. S. M. WIEDERHORN, H. JOHNSON, A. H. HEUER and A. M. DINNESS, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 329.
14. N. H. McMILLAN, to be published.
15. M. KANNINEN and P. C. GEHLEN, *Int. J. Frac. Mech.* **7** (1971) 47.
16. J. E. SINCLAIR and B. R. LAWN, *Proc. R. Soc. A* **329** (1972) 83.
17. J. R. RICE and R. M. THOMPSON, *Phil. Mag.* **29** (1974) 73.
18. R. M. THOMSON, C. HSEIH and V. RANA, *J. appl. Phys.* **42** (1971) 3154.
19. C. HSEIH and R. M. THOMSON, *J. appl. Phys.* **44** (1973) 2051.
20. C. T. FORWOOD and A. J. FORTY, *Phil. Mag.* **11** (1965) 1067.
21. A. G. EVANS, *Phil. Mag.* **26** (1972) 1327.
22. E. M. PASSMORE, R. M. SPRIGGS and T. VASILOS, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 1.
23. P. L. GUTSHALL and G. E. GROSS, *Engng Frac. Mech.* **1** (1969) 463.
24. A. G. EVANS and R. W. DAVIDGE, *J. Nuclear Mat.* **33** (1969) 249.
25. L. A. SIMPSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 610.
26. A. G. EVANS and G. TAPPIN, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **20** (1972) 275.
27. F. F. LANGE, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 84.
28. R. W. DAVIDGE and G. TAPPIN, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **15** (1970) 47.
29. D. J. GREEN, P. S. NICHOLSON and D. J. EMBERY, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 541 (1974), Plenum, New York.
30. F. A. MCCLINTOCK, private communication.
31. A. G. EVANS, *Int. J. Frac.* **10** (1974) 251.
32. A. G. EVANS, Third Int. Conference on Fracture, Munich, 1973.
33. A. G. EVANS and R. W. DAVIDGE, *Phil. Mag.* **20** (1969) 373.
34. A. G. EVANS, *Ceramics for High Performance Applications*, p. 373 (1975), Brook Hill, Mass.
35. R. BAUMGARDNER and D. W. RICHESON, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 367 (1974), Plenum, New York.
36. G. R. IRWIN, *J. appl. Mech.* **29** (1962) 651.
37. A. G. EVANS, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 1145.
38. R. W. DAVIDGE and T. J. GREEN, *J. Mater. Sci.* **3** (1968) 629.
39. O. L. BOWIE, *J. Math. Phys.* **35** (1956).
40. A. G. EVANS, C. PADGETT and R. W. DAVIDGE, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 36.

<sup>1</sup> Библиографический список дан в соответствии с английским оригиналом книги.

41. F. BARATTA, *Ceramics for High Performance Applications*, p. 445 (1975), Brook Hill, Mass.
42. A. G. EVANS and H. JOHNSON, *J. Mater. Sci.* **10** (1975) 214.
43. S. M. WIEDERHORN, A. G. EVANS, E. R. FULLER and H. JOHNSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 319.
44. A. G. EVANS and F. F. LANGE, *J. Mater. Sci.* **10** (1975) 1659.
45. A. G. EVANS and H. JOHNSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1975) 244.
46. J. J. GILMAN, *Acta met.* **7** (1959) 608.
47. R. VON MISÉS, *Z. Angew. Math. Mech.* **8** (1928) 161.
48. G. W. GROVES and A. KELLY, *Phil. Mag.* **8** (1963) 877.
49. A. KELLY and G. W. GROVES, *Crystallography and Crystal Defects* (1970), Longman, London.
50. G. W. GROVES and A. KELLY, *Phil. Mag.* **19** (1969) 977.
51. R. W. RICE and J. G. HUNT, Interim Rept. No. II, Contract NAS 7-276, The Boeing Company, Seattle, Washington (1966).
52. R. W. RICE and J. G. HUNT, Interim Rept. No. III, Contract NAS 7-276, The Boeing Company, Seattle, Washington (1967).
53. H. TAGAI, T. ZISNER, T. MORI and E. YASUDA, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 550.
54. C. O. HULSE, S. M. COPLEY and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 317.
55. C. O. HULSE and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **43** (1960) 373.
56. G. W. GROVES and A. KELLY, *Proc. R. Soc. A* **275** (1963) 233.
57. W. E. ELKINGTON, G. THOMAS and J. WASHBURN, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 307.
58. J. D. VENABLES, *Phys. Rev.* **122** (1961) 1388.
59. J. D. VENABLES, *J. appl. Phys.* **34** (1963) 293.
60. B. HENDERSON, *Phil. Mag.* **9** (1964) 153.
61. D. H. BOWEN, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **62** (1963) 771.
62. D. H. BOWEN and F. J. P. CLARKE, *Phil. Mag.* **8** (1963) 1257.
63. G. D. MILES, *J. appl. Phys.* **36** (1965) 1471.
64. R. J. STOKES and C. H. LI, *Disc. Faraday Soc.* **38** (1964) 233.
65. R. J. STOKES, T. L. JOHNSTON and C. H. LI, *Phil. Mag.* **3** (1958) 718.
66. YU. S. BOYARSKAYA, M. I. VALKOVSKAYA and R. P. ZHITARU, *Phys. Stat. Sol.* **10** (1965) 493.
67. V. B. PARIISKII, *Phys. Stat. Sol.* **19** (1967) 525.
68. R. W. DAVIDGE, *J. Mater. Sci.* **2** (1967) 339.
69. E. M. NADGORNII and A. V. STEPANOV, *Soviet Phys.—Solid State* **5** (1963) 732.
70. R. N. SINGH and R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 981.
71. A. S. KEH, *J. appl. Phys.* **31** (1960) 1538.
72. J. R. HOPKINS, J. A. MILLER and J. J. MARTIN, *Phys. Stat. Sol. (a)* **19** (1973) 591.
73. M. S. STUCKE and A. S. WRONSKI, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 911.
74. R. A. EVANS, A. S. WRONSKI and B. A. W. REDFERN, *Phil. Mag.* **29** (1974) 1381.
75. W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN, *J. appl. Phys.* **30** (1959) 129.
76. J. E. DORN, J. MITCHELL and F. HAUSER, *Expl. Mech.* **5** (1965) 353.
77. E. YU. GUTMANAS, E. M. NADGORNII and A. V. STEPANOV, *Soviet Phys.—Solid State* **5** (1963) 743.
78. W. G. JOHNSTON, *J. appl. Phys.* **33** (1962) 2050.
79. J. D. ESHLBY, C. W. A. NEWBY, P. L. PRATT and A. B. LIDIARD, *Phil. Mag.* **3** (1958) 75.
80. J. P. HIRTH and J. LOTHE, *Theory of Dislocations* (1958), McGraw-Hill, New York.
81. R. A. MENEZES and W. D. NIX, *Mater. Sci. Engng* **16** (1974) 57.
82. R. A. MENEZES and W. D. NIX, *Mater. Sci. Engng* **16** (1974) 67.
83. R. A. MENEZES and W. D. NIX, *Phil. Mag.* **27** (1973) 1201.
84. W. G. JOHNSTON, *J. appl. Phys.* **33** (1962) 2716.
85. S. M. COPLEY and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 139.
86. T. KUROSAWA, *J. phys. Soc. Japan* **19** (1964) 2096.
87. J. COTNER and J. WEERTMAN, *Disc. Faraday Soc.* **38** (1964) 225.
88. E. YU. GUTMANAS and E. M. NADGORNII, *Phys. Stat. Sol.* **23** (1967) 571.
89. F. GRANZER, G. WAGNER and J. EISENBLÄTTER, *Phys. Stat. Sol.* **30** (1968) 587.

90. J. HESSE, *Phys. Stat. Sol.* **9** (1965) 209.
91. A. KUMUR, *High Speed Testing*, Vol. VII, p. 67 (1969), Interscience, New York.
92. C. W. WEAVER, *Phil. Mag.* **15** (1967) 177.
93. C. O. HULSE, *Anisotropy in Single-Crystal Refractory Compounds* (edited by F. W. Vahldiek and S. A. Mersol), Vol. 2, p. 307 (1968), Plenum Press, New York.
94. R. W. DAVIDGE and P. L. PRATT, *Phys. Stat. Sol.* **6** (1964) 759.
95. H. L. FOTEDAR, M. SRINIVASAN, D. A. WILSON and T. G. STOEBE, *Mater. Sci. Engng* **7** (1971) 272.
96. J. WASHBURN and A. E. GORUM, *Mém. Sci. Rev. Mét.* **57** (1960) 67.
97. R. J. STOKES, *Trans. TMS-AIME* **224** (1962) 1227.
98. R. J. STOKES and C. H. LI, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 423.
99. R. J. STOKES, T. L. JOHNSTON and C. H. LI, *Phil. Mag.* **6** (1961) 9.
100. D. A. JONES and J. W. MITCHELL, *Phil. Mag.* **3** (1958) 1.
101. D. KUHLMANN-WILSDORF, *Phil. Mag.* **3** (1958) 125.
102. C. M. OSBURN and R. W. VEST, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 428.
103. C. M. OSBURN and R. W. VEST, *J. Phys. Chem. Solids* **32** (1971) 1343.
104. A. E. GORUM, W. J. LUHMAN and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **43** (1960) 241.
105. J. HESSE, *Reinstoffprobleme* (edited by E. Rexer), Vol. III, p. 413 (1967), Akademie-Verlag, Berlin.
106. J. HESSE, *Phys. Stat. Sol.* **21** (1967) 495.
107. C. W. A. NEWBY, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **62** (1963) 739.
108. B. REPPICH, *Scripta met.* **6** (1972) 1.
109. H. L. FOTEDAR and T. G. STOEBE, *Phil. Mag.* **23** (1971) 859.
110. W. FRANK, *Mater. Sci. Engng* **6** (1970) 121.
111. W. FRANK, *Mater. Sci. Engng* **6** (1970) 132.
112. W. J. LUHMAN and A. E. GORUM, *Acta met.* **7** (1959) 685.
113. N. S. STOLOFF, D. K. LEZIUS and T. L. JOHNSTON, *J. appl. Phys.* **34** (1963) 3315.
114. E. R. PARKER, *Mechanical Properties of Engineering Ceramics* (edited by W. W. Kriegel and H. Palmour III), p. 65 (1961), Interscience, New York.
115. J. J. GILMAN, *Prog. Ceram. Sci.* **1** (1961) 146.
116. R. L. MOON and P. L. PRATT, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **15** (1970) 203.
117. M. SRINIVASAN and T. G. STOEBE, *J. appl. Phys.* **41** (1970) 3726.
118. W. G. JOHNSTON, J. S. NADEAU and R. L. FLEISCHER, *J. phys. Soc. Japan* **18**, Suppl. I (1963) 7.
119. R. J. STOKES and C. H. LI, *Acta met.* **10** (1962) 535.
120. W. F. EPPLE, *Z. angew. Mineral* **4** (1943) 345.
121. G. W. GROVES and M. E. FINE, *J. appl. Phys.* **35** (1964) 3587.
122. M. E. FINE, *Trans. Japan Inst. Metals* **9**, Supplement (1968) 527.
123. G. WIRTZ and M. E. FINE, *J. appl. Phys.* **38** (1967) 3729.
124. E. W. KRUSE III and M. E. FINE, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 32.
125. S. E. HSU, W. KOBES and M. E. FINE, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 149.
126. J. E. MAY and M. L. KRONBERG, *J. Am. Ceram. Soc.* **43** (1960) 525.
127. R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 60.
128. R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1966) 39.
129. T. S. LIU, R. J. STOKES and C. H. LI, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 276.
130. R. B. DAY and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 445.
131. G. Y. CHIN, L. G. VAN UITERT, M. L. GREEN and G. ZYDZIK, *Scripta met.* **6** (1972) 475.
132. M. SUSZYŃSKA, *Phys. Stat. Sol.* (a) **6** (1971) 87.
133. G. Y. CHIN, L. G. VAN UITERT, M. L. GREEN, G. J. ZYDZIK and T. Y. KOMETANI, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 369.
134. J. J. O'CONNOR, J. J. LARKIN, H. POSEN and A. F. ARMINGTON, *Mater. Res. Bull.* **7** (1972) 1423.
135. A. F. ARMINGTON, H. POSEN and H. LIPSON, *J. Electron. Mater.* **2** (1973) 127.
136. P. F. BÉCHER and R. W. RICE, *J. appl. Phys.* **44** (1973) 2915.

137. B. G. KOEPKE, R. H. ANDERSON and E. BERNAL G., *Proc. Third Conf. on High Power Infrared Laser Window Materials* (edited by C. A. Pitha, A. Armington and H. Posen), Vol. II, p. 601 (1974), Air Force Cambridge Research Labs., Bedford, Mass.
138. B. H. KEAR and P. L. PRATT, *Phil. Mag.* **4** (1959) 56.
139. P. L. PRATT, R. P. HARRISON and C. W. A. NEWEY, *Disc. Faraday Soc.* **38** (1964) 211.
140. C. W. A. NEWEY, R. P. HARRISON and P. L. PRATT, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 305.
141. R. L. FLEISCHER, *Acta met.* **10** (1962) 835.
142. R. L. FLEISCHER, *J. appl. Phys.* **33** (1962) 3504.
143. A. KUMAR, *Acta met.* **16** (1968) 333.
144. G. B. GIBBS, *Phil. Mag.* **20** (1969) 611.
145. F. GUIU and T. G. LANGDON, *Phil. Mag.* **30** (1974) 145.
146. D. M. BARNETT and W. D. NIX, *Acta met.* **21** (1973) 1157.
147. K. ONO, *J. appl. Phys.* **39** (1968) 1803.
148. J. FRIEDEL, *Dislocations* (1964), Pergamon Press, Oxford.
149. J. FRIEDEL, *Electron Microscopy and Strength of Crystals* (edited by G. Thomas and J. Washburn), p. 605 (1963), Wiley, New York.
150. A. J. E. FOREMAN and M. J. MAKIN, *Phil. Mag.* **14** (1966) 911.
151. R. N. SINGH and R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 990.
152. A. W. COCHARDT, G. SCHOECK and H. WIEDERSICH, *Acta met.* **3** (1955) 533.
153. I. GUPTA and J. C. M. LI, *Mater. Sci. Engng* **6** (1970) 20.
154. L. M. SOIFER, Z. A. SHCHEGOLEVA and R. A. MADIKYAN, *Soviet Phys.—Solid State* **11** (1970) 3081.
155. F. GUIU, *Phys. Stat. Sol.* **25** (1968) 203.
156. F. F. M. LEE, J. C. SHYNE and W. D. NIX, *Mater. Sci. Engng* **5** (1969–70) 179.
157. J. C. M. LI, *Can. J. Phys.* **45** (1967) 493.
158. B. I. SMIRNOV and YU. I. PATRIKEEV, *Soviet Phys.—Solid State* **6** (1964) 1305.
159. W. G. JOHNSTON and J. S. NADEAU, Report No. ARL 64-135, Aerospace Research Labs., Wright-Patterson Air Force Base, Ohio (1964).
160. R. P. HARRISON, P. L. PRATT and C. W. A. NEWEY, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **1** (1964) 197.
161. P. L. PRATT, R. CHANG and C. W. A. NEWEY, *Appl. Phys. Lett.* **3** (1963) 83.
162. J. J. GILMAN, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 508.
163. C. N. AHLQUIST, *Deformation of Ceramic Materials* (edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler), p. 233 (1975), Plenum, New York.
164. K. H. G. ASHBE and R. E. SMALLMAN, *Proc. R. Soc. A* **274** (1963) 195.
165. W. J. KRAMERS and J. R. SMITH, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **56** (1957) 590.
166. M. S. SELTZER, *J. appl. Phys.* **37** (1966) 4780.
167. J. H. WESTBROOK, *Rev. Hautes Temp. Refract.* **3** (1966) 47.
168. J. S. NADEAU, *Anisotropy in Single-Crystal Refractory Compounds* (edited by F. W. Vahldiek and S. A. Mersol), Vol. 2, p. 361 (1968), Plenum, New York.
169. J. S. NADEAU, *J. Am. Ceram. Soc.* **52** (1969) 1.
170. W. S. WILLIAMS, *J. appl. Phys.* **35** (1964) 1329.
171. E. ALADAG, L. A. DAVIS and R. B. GORDON, *Phil. Mag.* **21** (1971) 469.
172. L. A. DAVIS and R. B. GORDON, *J. appl. Phys.* **39** (1968) 3885.
173. W. L. HAWORTH, L. A. DAVIS and R. B. GORDON, *J. appl. Phys.* **39** (1968) 3818.
174. W. L. HAWORTH and R. B. GORDON, *Phys. Stat. Sol. (a)* **3** (1970) 503.
175. M. S. PATERSON and C. W. WEAVER, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 463.
176. G. FONTAINE and P. HAASEN, *Phys. Stat. Sol.* **31** (1969) K67.
177. L. A. DAVIS, *Phil. Mag.* **23** (1971) 623.
178. A. J. MCEVILY, JR. and E. S. MACHLIN, *Fracture* (edited by B. L. Averbach, D. K. Felbeck, G. T. Hahn and D. A. Thomas), p. 450 (1959), Wiley, New York.
179. T. H. ALDEN, *Appl. Phys. Lett.* **2** (1963) 107.
180. I. CORNET and A. E. GORUM, *Trans. TMS-AIME* **218** (1960) 480.
181. A. J. MCEVILY, JR. and E. S. MACHLIN, *Trans. TMS-AIME* **221** (1961) 1086.
182. W. W. STINCHCOMB and R. A. QUEENEY, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 11.
183. J. E. MAY and M. L. KRONBERG, *J. Am. Ceram. Soc.* **43** (1960) 525.
184. G. D. MILES, *Acta met.* **12** (1964) 1241.

185. G. D. MILES, F. J. P. CLARKE, B. HENDERSON and R. D. KING, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 325.
186. R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 60.
187. M. SRINIVASAN and T. G. STOEBE, *Mater. Sci. Engng* **12** (1973) 87.
188. B. REPPICH, *Acta met.* **20** (1972) 557.
189. D. J. GOOCH and G. W. GROVES, *Phil. Mag.* **28** (1973) 623.
190. A. H. COTTRELL, *Phil. Mag.* **44** (1953) 829.
191. A. G. CROUCH, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **20** (1972) 317.
192. T. G. LANGDON and F. A. MOHAMED, *Scripta met.* **7** (1973) 1199.
193. T. G. LANGDON and J. A. PASK, *Mater. Sci. Res.* **5** (1971) 283.
194. R. B. DAY and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 493.
195. R. B. DAY and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 72.
196. J. WASHBURN, G. W. GROVES, A. KELLY and G. K. WILLIAMSON, *Phil. Mag.* **5** (1960) 991.
197. R. B. DAY and R. J. STOKES, *Anisotropy in Single-Crystal Refractory Compounds* (edited by F. W. Vahldiek and S. A. Mersol), Vol. 2, p. 267 (1968), Plenum, New York.
198. R. B. DAY and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 345.
199. W. D. SCOTT and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 284.
200. T. G. LANGDON and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 240.
201. F. SCHÜCKLER, *Acta Polytech. Scand. Ch.* **54** (1966).
202. D. A. ABOAV and T. G. LANGDON, *Metallography* **6** (1973) 9.
203. M. W. BENECKE, N. E. OLSON and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 365.
204. A. KRAUTH and H. J. OEL, *Ber. Dtsch. Keram. Ges.* **43** (1966) 685.
205. D. A. ABOAV and T. G. LANGDON, *Metallography* **1** (1969) 333.
206. R. L. COBLE and J. E. BURKE, *Prog. Ceram. Sci.* **3** (1963) 197.
207. N. A. HAROUN and D. W. BUDWORTH, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **69** (1970) 73.
208. D. W. BUDWORTH, *Mineral. Mag.* **37** (1970) 833.
209. G. ROSSI and J. E. BURKE, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 654.
210. J. W. CAHN and R. L. FULLMAN, *Trans. TMS-AIME* **206** (1956) 610.
211. G. TOMANDL, *Ber. Dtsch. Keram. Ges.* **48** (1971) 222.
212. M. I. MENDELSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **52** (1969) 443.
213. N. A. HAROUN and M. S. ABDEL-AZIM, *J. Inst. Metals* **99** (1971) 319.
214. D. D. MARCHANT and R. S. GORDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 19.
215. D. A. ABOAV and T. G. LANGDON, *Metallography* **2** (1969) 171.
216. D. A. ABOAV, *Metallography* **3** (1970) 383.
217. D. WEAIRE, *Metallography* **7** (1974) 157.
218. H. G. MÜLLER, *Z. Phys.* **96** (1935) 279.
219. P. J. JORGENSEN and R. C. ANDERSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 553.
220. B. J. WUENSCH and T. VASILOS, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 433.
221. R. E. MISTLER and R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 1507.
222. J. H. WESTBROOK, *Sci. Ceram.* **3** (1967) 263.
223. H. GLEITER and B. CHALMERS, *Prog. Mater. Sci.* **16** (1972) 274 pp.
224. P. J. JORGENSEN and J. H. WESTBROOK, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 332.
225. R. H. CONDIOT and J. B. HOLT, *J. Electrochem. Soc.* **111** (1964) 1192.
226. S. S. C. TONG and J. P. WILLIAMS, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 58.
227. M. H. LEIPOLD, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 498.
228. M. H. LEIPOLD, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 628.
229. C. C. CHANG, *Surf. Sci.* **25** (1971) 53.
230. H. L. MARCUS and M. E. FINE, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 568.
231. W. C. JOHNSON, D. F. STEIN and R. W. RICE, *Grain Boundaries in Engineering Materials* (edited by J. L. Walter, J. H. Westbrook and D. A. Woodford), p. 261 (1975), Claitor, Baton Rouge, La.
232. W. C. JOHNSON, D. F. STEIN and R. W. RICE, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 342.
233. J. H. WESTBROOK and P. J. JORGENSEN, *Trans. TMS-AIME* **233** (1965) 425.
234. G. C. NICHOLSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 47.
235. R. M. SPRIGGS, L. A. BRISETTE and T. VASILOS, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 417.
236. W. D. KINGERY, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 74.

237. R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **32** (1961) 793.
238. R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **45** (1962) 123.
239. P. J. JORGENSEN, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 207.
240. E. CARNALL, JR., *Mater. Res. Bull.* **2** (1967) 1075.
241. M. W. BENECKE, N. E. OLSON and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 365.
242. P. E. HART, R. B. ATKIN and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 83.
243. F. R. WERMUTH and W. J. KNAPP, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 401.
244. P. F. BECHER and H. PALMOUR III, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 119.
245. R. MCPHERSON and H. N. SINHA, *Phil. Mag.* **11** (1965) 451.
246. R. C. LOWRIE and I. B. CUTLER, *Sintering and Related Phenomena* (edited by G. C. Kuczynski, N. A. Hooton and C. F. Gibbon), p. 527 (1967), Gordon & Breach, New York.
247. A. MOCELLIN and W. D. KINGERY, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 309.
248. R. S. GORDON, D. D. MARCHANT and G. W. HOLLENBERG, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 399.
249. W. D. KINGERY and B. FRANCOIS, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 546.
250. B. FRANCOIS and W. D. KINGERY, *Sintering and Related Phenomena* (edited by G. C. Kuczynski, N. A. Hooton and C. F. Gibbon), p. 499 (1967), Gordon & Breach, New York.
251. C. ZENER, unpublished, quoted in C. S. Smith, *Trans. TMS-AIME* **175** (1949) 15.
252. N. A. HAROUN and D. W. BUDWORTH, *J. Mater. Sci.* **3** (1968) 326.
253. C. S. SMITH and L. GUTTMAN, *Trans. TMS-AIME* **197** (1953) 81.
254. R. B. DAY and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 345.
255. R. B. DAY and R. J. STOKES, *Mater. Sci. Res.* **3** (1966) 355.
256. R. J. STOKES and C. H. LI, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 423.
257. W. B. HARRISON, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 574.
258. R. W. RICE, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 536.
259. R. D. CARNAHAN, T. L. JOHNSTON, R. J. STOKES and C. H. LI, *Trans. TMS-AIME* **221** (1961) 45.
260. D. W. BUDWORTH and J. A. PASK, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **62** (1963) 763.
261. R. J. STOKES, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 189.
262. T. L. JOHNSTON, R. J. STOKES and C. H. LI, *Phil. Mag.* **4** (1959) 1316.
263. R. J. STOKES and C. H. LI, *Mater. Sci. Res.* **1** (1963) 133.
264. T. G. LANGDON and J. A. PASK, *High Temperature Oxides* (edited by A. M. Alper), Vol. 5, Part III, p. 53 (1970), Academic Press, New York.
265. S. M. COPLEY and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 636.
266. R. W. RICE, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **20** (1972) 329.
267. A. BRIGGS and D. H. BOWEN, *Mass Transport in Oxides* (edited by J. Wachtman and A. Franklin), p. 103 (1968), National Bureau of Standards Special Publication No. 296.
268. A. G. KING and P. J. YAVORSKY, *J. Am. Ceram. Soc.* **51** (1968) 38.
269. D. J. BARBER, *J. appl. Phys.* **36** (1965) 3342.
270. N. J. TIGHE, *Ultrafine-Grain Ceramics* (edited by J. J. Burke, N. L. Reed and V. Weiss), p. 109 (1970), Syracuse University Press, Syracuse, New York.
271. A. J. FORTY, *Disc. Faraday Soc.* **38** (1964) 56.
272. P. M. BURKE, Ph.D. Thesis, Department of Materials Science, Stanford University (1968).
273. W. R. CANNON and O. D. SHERBY, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 346.
274. R. W. RICE, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 90.
275. F. W. PATTEN, R. M. GARVEY and M. HASS, *Mater. Res. Bull.* **6** (1971) 1321.
276. M. SPARKS and M. COTTIS, *J. appl. Phys.* **44** (1973) 787.
277. D. W. READEY, R. T. NEWBERG and P. A. MILES, *Proc. Third Conf. on High Power Infrared Laser Window Materials* (edited by C. A. Pitha, A. Armington and H. Posen), Vol. II, p. 555 (1974), Air Force Cambridge Research Labs., Bedford, Mass.
278. H. K. BOWEN, R. N. SINGH, H. POSEN, A. ARMINGTON and S. A. KULIN, *Mater. Res. Bull.* **8** (1973) 1389.
279. R. N. SINGH, H. K. BOWEN and R. M. PELLOUX, *Proc. Third Conf. on High Power Infrared Laser Window Materials* (edited by C. A. Pitha, A. Armington and H. Posen), Vol. II, p. 693 (1974), Air Force Cambridge Research Labs., Bedford, Mass.

280. R. H. ANDERSON, B. G. KOEPKE, E. BERNAL G. and R. J. STOKES, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 287.
281. P. F. BECHER, S. W. FREIMAN, P. H. KLEIN and R. W. RICE, *Proc. Third Conf. on High Power Infrared Laser Window Materials* (edited by C. A. Pitha, A. Armington and H. Posen), Vol. II, p. 579 (1974), Air Force Cambridge Research Labs., Bedford, Mass.
282. M. N. SINHA, D. J. LLOYD and K. TANGRI, *J. Mater. Sci.* **8** (1973) 116.
283. A. G. EVANS and R. W. DAVIDGE, *Phil. Mag.* **20** (1969) 373.
284. A. R. C. WESTWOOD, *Phil. Mag.* **6** (1961) 195.
285. A. R. C. WESTWOOD, *Mechanical Properties of Engineering Ceramics* (edited by W. W. Kriegel and H. Palmour III), p. 89 (1961), Interscience, New York.
286. F. J. P. CLARKE, R. A. J. SAMBELL and H. G. TATTERSALL, *Trans. Br. Ceram. Soc.* **61** (1962) 61.
287. T. L. JOHNSTON, R. J. STOKES and C. H. LI, *Phil. Mag.* **7** (1962) 23.
288. R. C. KU and T. L. JOHNSTON, *Phil. Mag.* **9** (1964) 231.
289. A. N. STROH, *Proc. R. Soc. A* **223** (1954) 404.
290. A. N. STROH, *Proc. R. Soc. A* **232** (1955) 548.
291. A. N. STROH, *Adv. Phys.* **6** (1957) 418.
292. R. J. STOKES, T. L. JOHNSTON and C. H. LI, *Phil. Mag.* **4** (1959) 137.
293. R. J. STOKES, T. L. JOHNSTON and C. H. LI, *Phil. Mag.* **4** (1959) 920.
294. W. G. JOHNSTON, *Phil. Mag.* **5** (1960) 407.
295. A. H. COTTRELL, *Trans. TMS-AIME* **212** (1958) 192.
296. J. WASHBURN, A. E. GORUM and E. R. PARKER, *Trans. TMS-AIME* **215** (1959) 230.
297. A. S. KEH, J. C. M. LI and Y. T. CHOU, *Acta met.* **7** (1959) 694.
298. A. G. ATKINS and D. TABOR, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 195.
299. D. P. H. HASSELMAN, *J. Am. Ceram. Soc.* **52** (1969) 600.
300. P. B. CROSLY and D. J. RIPLEY, *Trans. AIME* **D 91** (1969) 525.
301. D. O. HARRIS and A. S. TETELMAN, *Engng Frac. Mech.* **4** (1972) 93.
302. A. G. EVANS, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **25** (1975) 217.
303. J. P. BERRY, *J. Mech. Phys. Solids* **8** (1960) 194.
304. A. KELLY, *Strong Solids* (1966), Oxford University Press.
305. A. G. EVANS and J. V. SHARP, *J. Mater. Sci.* **6** (1971) 1292.
306. D. VIECHNICKI and F. SCHMID, *Conference on High Power Laser Window Materials* (edited by C. S. Sahagian and C. A. Pitha), p. 191 (1971), AFCRL.
307. A. G. EVANS and R. W. DAVIDGE, *J. Mater. Sci.* **5** (1970) 314.
308. J. T. BARNBY and R. A. TAYLOR, *Special Ceramics* (edited by P. Popper), Vol. 5, p. 311 (1972), BCRA, Stoke.
309. R. W. DAVIDGE, A. G. EVANS, D. GILLING and P. R. WILYMAN, *Special Ceramics* (edited by P. Popper), Vol. 5, p. 329 (1972), B.C.R.A.
310. M. I. MENDELSON and M. E. FINE, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 154.
311. A. V. VIRKAR and M. E. FINE, to be published.
312. D. C. PHILLIPS, *J. Mater. Sci.* **7** (1972) 1175.
313. L. A. SIMPSON and A. WASYLYSHYN, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 56.
314. R. A. J. SAMBELL, A. BRIGGS, D. C. PHILLIPS and D. H. BOWEN, *J. Mater. Sci.* **7** (1972) 676.
315. G. A. COOPER and D. G. GLADMAN, NPL-IMS Report 8 (1970).
316. J. FITZ-RANDOLPH, D. C. PHILLIPS, P. W. R. BEAUMONT and A. S. TETELMAN, *J. Mater. Sci.* **7** (1972) 289.
317. R. L. BROWN, D. J. GODFREY, M. W. LINDLEY and E. R. W. MAY, *Special Ceramics* (edited by P. Popper), Vol. 5, p. 345 (1972), BCRA, Stoke.
318. F. ERDOGAN and G. D. GUPTA, Lehigh Univ. Technical Report IFSM-73-34 (1973).
319. A. G. EVANS and L. J. GRAHAM, *Acta Met.* **23** (1975) 1303.
320. J. B. WACHTMAN, JR., and L. H. MAXWELL, *J. Am. Ceram. Soc.* **40** (1957) 377.
321. D. J. GOOCH and G. W. GROVES, *Phil. Mag.* **28** (1973) 623.
322. M. V. KLASSEN-NEKLYDOVA, V. G. GOVORKOV, A. A. UROSOVSKAYA, N. N. VOINOVA and E. P. KOZLOVSKAYA, *Phys. Stat. Sol.* **39** (1970) 679.
323. J. D. SNOW and A. H. HEUER, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 153.
324. G. G. BENTLE and K. T. MILLER, *J. appl. Phys.* **38** (1967) 4248.



325. A. G. EVANS, C. ROY and P. L. PRATT, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 173.
326. L. D. JOHNSON and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **47** (1964) 437.
327. G. VAGNARD and J. WASHBURN, *J. Am. Ceram. Soc.* **51** (1968) 88.
328. L. M. GILLIN, Ph.D. Thesis, University of Cambridge (1966).
329. K. C. RADFORD and C. W. A. NEWBY, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **9** (1967) 131.
330. M. H. LEWIS, *Phil. Mag.* **17** (1968) 481.
331. R. D. BAËTA and K. H. G. ASHBEE, *Phil. Mag.* **15** (1967) 931.
332. G. E. HOLLÖX and R. E. SMALLMAN, *J. appl. Phys.* **37** (1966) 818.
333. R. G. LYE, G. E. HOLLÖX and J. D. VENABLES, *Anisotropy in Single-Crystal Refractory Compounds* (edited by F. W. Vahldiek and S. A. Mersol), Vol. 2, p. 445 (1968), Plenum, New York.
334. W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN, *J. appl. Phys.* **30** (1959) 129.
335. W. G. JOHNSTON, *J. appl. Phys.* **33** (1962) 2050.
336. W. G. JOHNSTON and D. F. STEIN, *Acta met.* **11** (1963) 317.
337. S. SANKARAN and J. C. M. LI, unpublished results reported in: J. C. M. Li, *Can. J. Phys.* **45** (1967) 493.
338. C. N. AHLQUIST, *Scripta met.* **5** (1971) 185.

## К части 2

1. W. F. BROWN and J. E. SRAWLEY, ASTM STP 410 (1967).
2. S. M. WIEDERHORN, A. M. SHORB and R. L. MOSES, *J. appl. Phys.* **39** (1968) 1569.
3. H. MEREDITH and P. L. PRATT, Third International Fracture Conference, Munich 1973, paper IX 322.
4. S. M. WIEDERHORN, A. G. EVANS and D. E. ROBERTS, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 829 (1974), Plenum, New York.
5. A. G. EVANS, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 17 (1974), Plenum, New York.
6. S. MOSTOVOY, P. B. CROSLBY and E. J. RIPLING, *J. Mater.* **2** (1967) 661.
7. J. A. KIES and A. B. J. CLARK, *Fracture-1969* (edited by P. L. Pratt), p. 483 (1969), Chapman & Hall, London.
8. A. G. EVANS, *J. Mater. Sci.* **7** (1972) 1133.
9. K. MCKINNEY and H. L. SMITH, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 30.
10. D. P. WILLIAMS and A. G. EVANS, *J. Testing Evaluation* **1** (1973) 264.
11. S. W. FREIMAN, D. R. MULLVILLE and P. W. MAST, *J. Mater. Sci.* **8** (1973) 1527.
12. E. R. FULLER and W. BOZMAN, *Bull. Am. Ceram. Soc.* Aug. 1974.
13. R. L. BERTOLLOTTI, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 300.
14. S. M. WIEDERHORN, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 613 (1974), Plenum, New York.
15. S. M. WIEDERHORN, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 407.
16. A. G. EVANS and E. R. FULLER, *Met. Trans.* **5** (1974) 27.
17. R. G. HOAGLAND, A. R. ROSENFELD and G. T. HAHN, *Met. Trans.* **3** (1972) 123.
18. A. G. EVANS, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **25** (1975) 217.
19. F. C. ROESLER, *Proc. Phys. Soc. B* **69** (1956) 55.
20. L. MORDFIN and M. J. KERPER, *Mechanical and Thermal Properties of Ceramics*, N.B.S., Special Publication 303 (1969).
21. R. SADLACEK and F. A. HALDEN, *Rev. Sci. Instrum.* **33** (1962) 298.
22. D. G. MILLER, work performed at Westinghouse Research Lab.
23. H. W. BABEL and G. SINES, *J. Mater.* **3** (1968) 134.
24. L. J. BROUTMAN, S. M. KRISHNA KUMAR and P. K. MALICK, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 649.
25. J. B. WACHTMAN, W. CAPPS and J. MANDEL, *J. Mater.* **7** (1972) 188.
26. R. J. STOKES and C. H. LI, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 423.
27. R. CHANG, *J. appl. Phys.* **31** (1960) 484.

28. C. K. L. DAVIES and S. K. S. RAY, *Special Ceramics* (edited by P. Popper), Vol. 5, p. 193 (1972), BCRA, Stoke.
29. R. CHANG, *J. Nucl. Mater.* **2** (1959) 174.
30. J. B. WACHTMAN and L. H. MAXWELL, *J. Am. Ceram. Soc.* **37** (1954) 291.
31. G. M. FRYER and J. P. ROBERTS, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 225.
32. A. H. HEUER, R. M. CANNON and N. J. TIGHE, *Ultrafine-Grain Ceramics* (edited by J. J. Burke, N. L. Reed and V. Weiss), p. 339 (1970), Syracuse Univ. Press, Syracuse, N.Y.
33. D. R. CROPPER and J. A. PASK, *Bull. Am. Ceram. Soc.* **48** (1969) 555.
34. D. R. CROPPER and T. G. LANGDON, *Phil. Mag.* **18** (1968) 1181.
35. W. A. COGHIAN, *Rev. Sci. Instr.* **43** (1972) 464.
36. S. M. WIEDERHORN and L. H. BOLTZ, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 543.
37. A. G. EVANS and M. LINZER, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 575.
38. J. E. BURKE, R. H. DOREMUS, A. M. TURKALO and W. B. HILLIG, *Mater. Sci. Res.* **5** (1971) 43.
39. A. G. EVANS and S. M. WIEDERHORN, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 270.
40. F. F. LANGE, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 84.
41. A. G. EVANS, *Ceramics for High Performance Applications*, p. 373 (1975), Brook Hill, Mass.
42. A. G. EVANS and S. M. WIEDERHORN, *Int. J. Frac.* **10** (1974) 379.
43. A. G. EVANS and H. JOHNSON, *J. Mater. Sci.* **10** (1975) 214.
44. A. G. EVANS, *Int. J. Frac.* **10** (1974) 251.
45. A. G. EVANS, J. R. RUSSELL and D. W. RICHESON, *Met. Trans.* **6A** (1975) 707.
46. M. H. KAMDAR, *Prog. Mater. Sci.* **15** (1973) 289.
47. W. B. HILLIG and R. J. CHARLES, *High Strength Materials* (edited by V. F. Zackay), p. 682 (1965), Wiley, New York.
48. A. G. METCALFE, M. E. GULDEN and G. K. SCHMITZ, *J. Soc. Glass Tech.* **12** (1971) 15.
49. S. M. WIEDERHORN, *Corrosion Fatigue* (edited by O. F. Devereaux, A. J. McEvily and R. W. Staehle), p. 731 (1972), NACE, Houston.
50. B. R. LAWN, *Mater. Sci. Engng* **13** (1974) 277.
51. F. J. P. CLARKE, R. A. J. SAMBELL and H. G. TATTERSALL, *Phil. Mag.* **7** (1962) 393.
52. S. M. WIEDERHORN, R. L. MOSES and B. L. BEAN, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 18.
53. C. S. YUST and J. T. A. ROBERTS, *J. Nucl. Mater.* **48** (1973) 317.
54. A. N. STROH, *Advan. Phys.* **6** (1957) 418.
55. R. M. THOMSON and A. G. EVANS, to be published.
56. E. OROWAN, *Dislocations in Metals* (edited by M. Cohen), p. 191 (1954), AIMME, New York.
57. O. JOHARI and N. M. PARIKH, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 399 (1974), Plenum, New York.
58. A. G. EVANS, *Phil. Mag.* **22** (1970) 841.
59. S. M. WIEDERHORN, B. J. HOCKEY and D. F. ROBERTS, *Phil. Mag.* **28** (1973) 783.
60. H. CONRAD, G. STONE and K. JANOWSKI, *Trans. Met. Soc. AIME* **233** (1965) 889.
61. R. KOSSOWSKY, *Ceramics for High Performance Applications*, p. 347 (1975), Brook Hill, Mass.
62. F. F. LANGE, *Ceramics for High Performance Applications*, p. 223 (1975), Brook Hill, Mass.
63. F. F. LANGE and K. C. RADFORD, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1970) 420.
64. J. T. A. ROBERTS and B. J. WRONA, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 297.
65. R. N. STEVENS and R. DUTTON, *Mater. Sci. Engng* **8** (1971) 220.
66. R. M. THOMSON and E. R. FULLER, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 283 (1975), Plenum, New York.
67. R. DUTTON, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange), p. 647 (1975), Plenum, New York.
68. R. M. THOMSON, private communication.
69. E. F. PONCELOT, *Fracturing of Metals*, p. 201 (1948), ASM, Cleveland.
70. R. M. THOMSON, C. HSEIH and R. RANA, *J. appl. Phys.* **42** (1971) 3154.

71. S. M. WIEDERHORN, H. JOHNSON, A. M. DINESS and A. H. HEUER, *J. Am. Ceram. Soc.*, **57** (1974) 336.
72. D. A. KROHN and D. P. H. HASSELMAN, *J. Am. Ceram. Soc.*, **55** (1972) 208.
73. C. P. CHEN and W. J. KNAPP, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. Lange), p. 691 (1975), Plenum, New York.
74. A. L. PRANATIS, *J. Am. Ceram. Soc.*, **52** (1969) 340.
75. J. C. GROSSKREUTZ, Third International Fracture Conference, Munich (1973).
76. R. O. RITCHIE and J. F. KNOTT, *Mater. Sci. Engng* **14** (1974) 7.
77. *Corrosion Fatigue* (edited by O. F. Devereaux, A. J. McEvily and R. W. Staehle) (1972), NACE, Houston.
78. E. GUMBEL, *Statistics of Extremes* (1968), Columbia Univ. Press, New York.
79. W. WILBULL, *J. appl. Mech.* **18** (1951) 293.
80. A. FREDENHALL, *Fracture* (edited by H. Liebowitz), Vol. II, chapter 6 (1968), Academic Press, New York.
81. A. S. ARGON and F. A. MCCLINTOCK, *Mechanical Behavior of Materials* (1966), Addison-Wesley, Reading, Mass.
82. B. D. COLEMAN, *J. Mech. Phys. Solids* **7** (1958) 60.
83. S. B. BATDORF, *J. Am. Ceram. Soc.*, **57** (1974) 44.
84. A. S. ARGON, *Proc. R. Soc. A* **250** (1959) 422.
85. S. B. BATDORF, Fracture statistics of brittle materials with intergranular cracks, Aerospace Corp. Rept. SAMSO-TR-74-210 (Oct. 1974).
86. J. R. MATTHIJS, F. A. MCCLINTOCK and W. J. SHACK, *J. Am. Ceram. Soc.*, to be published.
87. F. A. MCCLINTOCK, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman and F. Lange), p. 93 (1975), Plenum, New York.
88. J. BUCH, Continuum aspects of graphite design, AEC Report, Conf.-701105 (1970).
89. R. W. DAVIDGE and D. C. PHILLIPS, *J. Mater. Sci.*, **7** (1972) 1308.
90. G. P. MARSHALL, J. G. WILLIAMS and C. E. TURNER, *J. Mater. Sci.*, **8** (1973) 949.
91. A. G. EVANS, *J. Am. Ceram. Soc.*, **56** (1973) 405.
92. V. F. KERKHOF and H. RICHTER, *Glastech. Ber.* **42** (1969) 129.
93. M. T. HUBER, *Ann. Phys., Lpz.*, **14** (1904) 153.
94. F. C. FRANK and B. R. LAWN, *Proc. R. Soc.*, **299** (1957) 291.
95. T. R. WILSHAW, *J. Phys. D* **4** (1971) 1567.
96. T. R. WILSHAW and R. ROTHWELL, *Nature, Lond.*, **229** (1971) 156.
97. K. P. L. OH and I. FINNIE, *Int. J. Frac. Mech.*, **6** (1970) 333.
98. F. F. LANGE, to be published.
99. W. D. KINGERY, *Introduction to Ceramics* (1950), Wiley, New York.
100. W. D. KINGERY, *J. Am. Ceram. Soc.*, **38** (1955) 3.
101. A. G. EVANS, M. LINZER, H. JOHNSON, D. P. H. HASSELMAN and M. E. KIPP, *J. Mater. Sci.*, in press.
102. P. C. PARIS and G. C. SH, *ASTM STP* 381 (1965) 30.
103. D. P. H. HASSELMAN, *J. Am. Ceram. Soc.*, **52** (1969) 600.
104. R. BADALIAN, D. A. KROHN and D. P. H. HASSELMAN, *J. Am. Ceram. Soc.*, **57** (1974) 432.
105. E. R. FULLER, private communication.
106. J. P. BERRY, *J. Mech. Phys. Solids* **8** (1960) 194.
107. J. L. SWEDLOW, *Int. J. Frac. Mech.*, **1** (1965) 210.
108. H. W. BABEL and G. SINES, *J. Basic Engng*, p. 287 (June 1958).
109. G. C. SH, *Handbook of Stress Intensity Factors*, Lehigh Univ., 1973.
110. S. B. BATDORF and J. G. CROSE, *J. appl. Mech.*, **41** (1974).
111. W. H. DUKES, Handbook of brittle materials design technology, AGARD-AG 152-71 (Feb. 1971).
112. R. E. ELY, *J. Am. Ceram. Soc.*, **55** (1972) 347.
113. Z. T. BIENAWSKI, *Int. J. Frac. Mech.*, **4** (1969) 415.
114. M. ADAMS and G. SINES, to be published.
115. J. H. HENSLEY and G. V. CULLEN, *J. Am. Ceram. Soc.*, **51** (1968) 178.
116. L. L. FLIHRNBACHER, F. P. BAILEY and N. A. MCKINNON, *SAMPE Q.*, **2** (3) (1971) 48.

117. T. G. LANGDON, D. R. CROPPER and J. A. PASK, *Mater. Sci. Res.* **5** (1971) 297.
118. W. D. KINGERY and E. D. MONTRONE, *J. appl. Phys.* **36** (1965) 2412.
119. A. CROSBY and P. E. EVANS, *Can. Met. Q.* **13** (1974) 297.
120. E. PEISSKER, P. HAASEN and H. ALEXANDER, *Phil. Mag.* **7** (1962) 1279.
121. B. REPPICH, P. HAASEN and B. ILSCHNER, *Acta met.* **12** (1964) 1283.
122. A. H. CLAUSER, M. S. SELTZER and B. A. WILCOX, *J. Mater. Sci.* **6** (1971) 1379.
123. W. A. COGHILAN, R. A. MENEZES and W. D. NIX, *Phil. Mag.* **23** (1971) 1515.
124. R. A. MENEZES and W. D. NIX, *Acta met.* **19** (1971) 645.
125. B. ILSCHNER and B. REPPICH, *Phys. Stat. Sol.* **3** (1963) 2093.
126. T. G. LANGDON, *Deformation of Ceramic Materials* (edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler), p. 101 (1975), Plenum, New York.
127. E. OROWAN, *J. West Scotland Iron & Steel Inst.* **54** (1947) 45.
128. F. F. LANGE, *Deformation of Ceramic Materials* (edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler), p. 361 (1975), Plenum, New York.
129. E. OROWAN, *Geophys. J. R. Astron. Soc.* **14** (1967) 191.
130. M. F. ASHBY, *Surf. Sci.* **31** (1972) 498.
131. C. ZENER, *Phys. Rev.* **60** (1941) 906.
132. R. RAJ and M. F. ASHBY, *Met. Trans.* **2** (1971) 1113.
133. R. C. GIFKINS and T. G. LANGDON, *Scripta met.* **4** (1970) 563.
134. T. G. LANGDON, *Can. Met. Q.* **13** (1974) 223.
135. F. R. N. NABARRO, *Report of a Conference on Strength of Solids*, p. 75 (1948), The Physical Society, London.
136. C. HERRING, *J. appl. Phys.* **21** (1950) 437.
137. G. B. GIBBS, *Mém. Sci. Rev. Mét.* **62** (1965) 781.
138. J. HARPER and J. E. DORN, *Acta met.* **5** (1957) 654.
139. J. E. HARRIS, *Met. Sci. J.* **7** (1973) 1.
140. R. C. GIFKINS, T. G. LANGDON and D. MCLEAN, *Met. Sci.* **9** (1975) 141.
141. R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **34** (1963) 1679.
142. K. LEHOVEC, *J. Chem. Phys.* **21** (1953) 1123.
143. R. E. MISTLER and R. L. COBLE, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 1507.
144. M. F. ASHBY, *Scripta met.* **3** (1969) 837.
145. G. W. GREENWOOD, *Scripta met.* **4** (1970) 171.
146. B. BURTON, *Mater. Sci. Engng* **10** (1972) 9.
147. A. L. RUOFF, *J. appl. Phys.* **36** (1965) 2903.
148. G. M. FRYER, *Proc. R. Soc. A* **327** (1972) 81.
149. R. S. GORDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 147.
150. R. S. GORDON, *Mass Transport Phenomena in Ceramics* (edited by A. R. Cooper and A. H. Heuer), p. 445 (1975), Plenum, New York.
151. D. L. JOHNSON, *Defects and Transport in Oxides* (edited by M. S. Seltzer and R. J. Jaffee), p. 365 (1974), Plenum, New York.
152. I. M. LIFSHITZ, *Soviet Phys.-JETP* **17** (1963) 909.
153. R. N. STEVENS, *Phil. Mag.* **23** (1971) 265.
154. W. R. CANNON, *Phil. Mag.* **25** (1972) 1489.
155. H. W. GREEN II, *J. appl. Phys.* **41** (1970) 3899.
156. J. WEERTMAN, *Rev. Geophys. Space Phys.* **8** (1970) 145.
157. F. W. CROSSMAN and M. F. ASHBY, *Acta met.* **23** (1975) 425.
158. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *J. Engng Mater. Tech.* **98** (1976) 125.
159. R. L. BELL and T. G. LANGDON, *Interfaces Conference* (edited by R. C. Gifkins), p. 115 (1969), Butterworths, Sydney.
160. R. C. GIFKINS and T. G. LANGDON, *J. Inst. Met.* **93** (1965-65) 347.
161. T. G. LANGDON, *Mater. Sci. Engng* **7** (1971) 117.
162. T. G. LANGDON, *Phil. Mag.* **22** (1970) 689.
163. T. G. LANGDON, *The Microstructure and Design of Alloys*, Vol. 1, p. 222 (1973), The Institute of Metals and The Iron and Steel Institute, London.
164. J. WEERTMAN, *J. appl. Phys.* **28** (1957) 362.
165. P. M. HAZZLEDINE, *J. de Physique, Colloque C3*, **27** (1966) C3-210.
166. P. M. HAZZLEDINE, *Can. J. Phys.* **45** (1967) 765.

167. J. WEERTMAN, *Trans. ASM* **61** (1968) 681.
168. J. WEERTMAN, *Rate Processes in Plastic Deformation of Materials* (edited by J. C. M. Li and A. K. Mukherjee), p. 315 (1975), ASM, Metals Park, Ohio.
169. J. E. BIRD, A. K. MUKHERJEE and J. E. DORN, *Quantitative Relation Between Properties and Microstructure* (edited by D. G. Brandon and A. Rosen), p. 255 (1969), Israel Universities Press, Jerusalem.
170. J. WEERTMAN, *J. appl. Phys.* **28** (1957) 1185.
171. J. WEERTMAN, *Trans. TMS-AIME* **218** (1960) 207.
172. A. H. COTTRELL and M. A. JASWON, *Proc. R. Soc. A* **199** (1949) 104.
173. J. WASHBURN, G. W. GROVES, A. KELLY and G. K. WILLIAMSON, *Phil. Mag.* **5** (1960) 991.
174. W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN, *J. appl. Phys.* **31** (1960) 632.
175. R. CHANG, *Physics and Chemistry of Ceramics* (edited by C. Klingsberg), p. 275 (1963), Gordon & Breach, New York.
176. A. K. MUKHERJEE, J. E. BIRD and J. E. DORN, *Trans. ASM* **62** (1969) 155.
177. J. BARDEEN and C. HERRING, *Atom Movements*, p. 87 (1951), American Society for Metals, Cleveland, Ohio.
178. F. R. N. NABARRO, *Phil. Mag.* **16** (1967) 231.
179. J. WEERTMAN, *Trans. TMS-AIME* **233** (1965) 2069.
180. J. WEERTMAN, *Acta met.* **15** (1967) 1081.
181. C. R. BARRETT and W. D. NIX, *Acta met.* **13** (1965) 1247.
182. J. P. POIRIER, *Phil. Mag.* **26** (1972) 713.
183. D. R. CROPPER and J. A. PASK, *Phil. Mag.* **27** (1973) 1105.
184. L. I. IVANOV and V. A. YANUSHKEVICH, *Fiz. Metal, Metalloved.* **17** (1964) 112.
185. W. BLUM, *Phys. Stat. Sol. (b)* **45** (1971) 561.
186. T. G. LANGDON and F. A. MOHAMED, to be published.
187. T. G. LANGDON, *J. Nucl. Mater.* **38** (1971) 88.
188. T. G. LANGDON and J. A. PASK, *Acta met.* **18** (1970) 505.
189. S. L. ROBINSON, P. M. BURKE and O. D. SHERBY, *Phil. Mag.* **29** (1974) 423.
190. S. L. ROBINSON, C. M. YOUNG and O. D. SHERBY, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 341.
191. T. G. LANGDON, *Nature Phys. Sci.* **236** (1972) 60.
192. E. M. PASSMORE, R. H. DUFF and T. VASILOS, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 594.
193. W. R. CANNON and O. D. SHERBY, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 346.
194. T. G. LANGDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1975) 92.
195. W. R. CANNON, Ph.D. Thesis, Department of Materials Science, Stanford University (1971).
196. T. G. LANGDON, *Met. Trans.* **3** (1972) 797.
197. T. G. LANGDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 430.
198. R. L. BELL and T. G. LANGDON, *J. Sci. Instrum.* **42** (1965) 896.
199. R. L. BELL and T. G. LANGDON, *J. Mater. Sci.* **2** (1967) 313.
200. T. G. LANGDON, *Scripta met.* **4** (1970) 693.
201. R. T. TREMPER, R. A. GIDDINGS, J. D. HODGE and R. S. GORDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 421.
202. L. E. POTEAT and C. S. YUST, *Ceramic Microstructures* (edited by R. M. Fulrath and J. A. Pask), p. 646 (1968), Wiley, New York.
203. A. G. CROUCH, *Trans. J. Br. Ceram. Soc.* **72** (1973) 307.
204. P. M. BURKE, Ph.D. Thesis, Department of Materials Science, Stanford University (1968).
205. R. A. WOLFE and S. F. KAUFMAN, Bettis Atomic Power Laboratory Report No. WAPD-TM-587 (1967).
206. P. E. BOHABOY, R. R. ASAMOTO and A. E. CONTI, General Electric Report No. GEAP-10054 (1969).
207. S. I. WARSHAW and F. H. NORTON, *J. Am. Ceram. Soc.* **45** (1962) 479.
208. G. ENGELHARDT and F. THÜMLER, *Ber. Dtsch. Keram. Ges.* **47** (1970) 571.
209. W. L. BARMORE and R. R. VANDERVOORT, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 316.
210. J. H. HENSLEY and G. V. CULLEN, *J. Am. Ceram. Soc.* **51** (1968) 557.
211. G. R. TERWILLIGER, H. K. BOWEN and R. S. GORDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 241.
212. D. E. STELLRECHT, M. S. FARKAS and D. P. MOAK, *J. Am. Ceram. Soc.* **51** (1968) 455.
213. S. H. KIRBY and C. B. RALEIGH, *Tectonophysics* **19** (1973) 165.

214. W. R. CANNON and O. D. SHERBY, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 157.
215. G. W. GROVES and A. KELLY, *Phil. Mag.* **19** (1969) 977.
216. A. E. PALADINO and W. D. KINGERY, *J. Chem. Phys.* **37** (1962) 957.
217. Y. OISHI and W. D. KINGERY, *J. Chem. Phys.* **33** (1960) 480.
218. A. E. PALADINO and R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **46** (1963) 133.
219. R. E. MISTLER and R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 60.
220. J. F. LAURENT and J. BÉNARD, *J. Phys. Chem. Solids* **7** (1958) 218.
221. K. KITAZAWA and R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 250.
222. R. M. CANNON and R. L. COBLE, *Deformation of Ceramic Materials* (edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler), p. 61 (1975), Plenum, New York.
223. R. C. FOLWEILER, *J. appl. Phys.* **32** (1961) 773.
224. B. BURTON, G. L. REYNOLDS and J. P. BARNES, *J. Mater. Sci.* **8** (1973) 1690.
225. G. W. HOLLENBERG and R. S. GORDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 140.
226. P. L. FARNSWORTH and R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 264.
227. T. L. FRANCIS and R. L. COBLE, *J. Am. Ceram. Soc.* **51** (1968) 115.
228. D. A. KROHN, P. A. URICK, D. P. H. HASSELMAN, and T. G. LANGDON, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 3729.
229. O. D. SHERBY and P. M. BURKE, *Prog. Mater. Sci.* **13** (1967) 325.
230. P. LE COMTE, *J. Geol.* **73** (1965) 469.
231. S. L. ROBINSON and O. D. SHERBY, *Acta met.* **17** (1969) 109.
232. P. F. BECHER, *Electron Microscopy and Structure of Materials* (edited by G. Thomas), p. 1195 (1972), University of California Press, Berkeley.
233. J. B. BILDE-SØRENSEN, *Acta met.* **21** (1973) 1495.
234. B. REPPICH and W. HÜTHER, *Phil. Mag.* **30** (1974) 1009.
235. M. S. SELTZER, A. H. CLAUSER and B. A. WILCOX, *J. Nucl. Mater.* **44** (1972) 43.
236. N. DOUKHAN, R. DUCLOS and B. ESCAIG, *J. de Physique, Colloque C9*, **34** (1973) C9-379.
237. W. HÜTHER and B. REPPICH, *Phil. Mag.* **28** (1973) 363.
238. M. F. YAN, R. M. CANNON, H. K. BOWEN and R. L. COBLE, *Deformation of Ceramic Materials* (edited by R. C. Bradt and R. E. Tressler), p. 549 (1975), Plenum, New York.
239. F. SCHUH, W. BLUM and B. ILSCHNER, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **15** (1970) 143.
240. C. B. RALEIGH and S. H. KIRBY, *Mineral. Soc. Amer. Spec. Pap.* **3** (1970) 113.
241. G. STREB and B. REPPICH, *Phys. Stat. Sol. (a)* **16** (1973) 493.
242. J. B. BILDE-SØRENSEN, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 606.
243. B. REPPICH, *J. Mater. Sci.* **6** (1971) 267.
244. M. A. ADAMS and G. T. MURRAY, *J. appl. Phys.* **33** (1962) 2126.
245. W. M. ARMSTRONG and W. R. IRVINE, *J. Nucl. Mater.* **9** (1963) 121.
246. W. M. ARMSTRONG and W. R. IRVINE, *J. Nucl. Mater.* **12** (1964) 261.
247. L. E. POTEAT and C. S. YUST, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 410.
248. S. M. COPLEY and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **48** (1965) 636.
249. A. G. CROUCH, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 558.
250. W. M. ARMSTRONG, W. R. IRVINE and R. H. MARTINSON, *J. Nucl. Mater.* **7** (1962) 133.
251. C. S. MORGAN and L. L. HALL, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 233.
252. T. G. LANGDON and J. A. PASK, *Ceramic Microstructures* (edited by R. M. Fulrath and J. A. Pask), p. 594 (1968), Wiley, New York.
253. J. F. BYRON, *J. Nucl. Mater.* **27** (1968) 48.
254. T. SUGITA and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 609.
255. P. E. EVANS, *J. Am. Ceram. Soc.* **53** (1970) 365.
256. R. G. ST-JACQUES and R. ANGERS, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 571.
257. R. F. CANON, J. T. A. ROBERTS and R. J. BEALS, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 105.
258. L. J. TROSTEL, JR., *Bull. Am. Ceram. Soc.* **48** (1969) 601.
259. T. SUGITA and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 403.
260. J. T. A. ROBERTS, *Acta met.* **22** (1974) 873.
261. P. F. BECHER, *Mater. Sci. Res.* **5** (1971) 315.
262. C. S. YUST and J. T. A. ROBERTS, *J. Nucl. Mater.* **48** (1973) 317.
263. W. E. SNOWDEN and J. A. PASK, *Phil. Mag.* **29** (1974) 441.

264. H. HÜBNER and B. ILSCHNER, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **20** (1972) 149.
265. G. M. FRYER and J. P. ROBERTS, *Proc. Br. Ceram. Soc.* **6** (1966) 225.
266. G. M. FRYER and P. THOMPSON, *Trans. J. Br. Ceram. Soc.* **71** (1972) 61.
267. H. C. HEARD and C. B. RALEIGH, *Geol. Soc. Am. Bull.* **83** (1972) 935.
268. J. H. HENSLE and G. V. CULLEN, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 584.
269. J. H. HENSLE and G. V. CULLEN, Final Technical Report, AAEC Research Contract No. 64/D/13, Industrial Research Section, Department of Metallurgy, University of Melbourne (1967).
270. M. TOKAR, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 173.
271. T. G. LANGDON and R. L. BELL, *Trans. TMS-AIME* **242** (1968) 2479.
272. T. G. LANGDON, *Rate Processes in Plastic Deformation of Materials* (edited by J. C. M. Li and A. K. Mukherjee), p. 410 (1975), ASM, Metals Park, Ohio.
273. P. E. HART and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **54** (1971) 315.
274. J. J. NORREYS, *Carbides in Nuclear Energy* (edited by L. E. Russell *et al.*), Vol. 1, p. 435 (1964), Macmillan, London.
275. A. CROSBY and P. E. EVANS, *J. Mater. Sci.* **8** (1973) 1573.
276. P. F. BECHER, *J. Mater. Sci.* **6** (1971) 275.
277. S. WHITE, *Nature Phys. Sci.* **234** (1971) 175.
278. H. G. AVE'ALLEMANT and N. L. CARTER, *Geol. Soc. Am. Bull.* **81** (1970) 2203.
279. D. ELLIOTT, *Geol. Soc. Am. Bull.* **84** (1973) 2645.
280. N. DOUKHAN and B. ESCAIG, *J. de Physique* **35** (1974) L-181.
281. G. FONTAINE, *J. Phys. Chem. Solids* **29** (1968) 209.
282. G. FONTAINE and P. HAASEN, *Phys. Stat. Sol.* **31** (1969) K67.
283. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *J. appl. Phys.* **45** (1974) 1965.
284. V. KRISHNAMACHARI and J. T. JONES, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 506.
285. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *Acta met.* **22** (1974) 779.
286. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1975) 533.
287. N. V. SHISHIKOV, P. P. BUDNIKOV and P. L. VOLODIN, *New Nuclear Materials Including Non-Metallic Fuels*, Vol. I, p. 225 (1963), International Atomic Energy Agency, Vienna.
288. T. G. LANGDON, *J. Am. Ceram. Soc.* **55** (1972) 630.
289. D. P. H. HASSELMAN, *J. Am. Ceram. Soc.* **45** (1962) 452.
290. R. L. COBLE and W. D. KINGERY, *J. Am. Ceram. Soc.* **39** (1956) 377.
291. C. O. HULSE and J. A. PASK, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 312.
292. V. S. BAKUNOV, E. S. LUKIN and D. N. POLUBOYARINOV, *Tr. Mosk. Khim.-Tekhnol. Inst.* **50** (1966) 216.
293. J. R. KREGLO, JR., and W. J. SMOTHERS, *J. Am. Ceram. Soc.* **50** (1967) 457.
294. L. B. BOROVKOVA, E. S. LUKIN, E. YA. SHAPIRO and D. N. POLUBOYARINOV, *Refractories* **1** (1969) 40.
295. W. E. SNOWDEN, Lawrence Berkeley Laboratory Report No. UCRL-20567 (1971).
296. R. A. PENYI and D. P. H. HASSELMAN, *Mater. Res. Bull.* **7** (1972) 1117.
297. J. R. KREGLO, JR., and W. J. SMOTHERS, *J. Metals* **19** (7) (1967) 20.
298. J. WEERTMAN and J. R. WEERTMAN, *Physical Metallurgy* (edited by R. W. Cahn), p. 793 (1965), North-Holland Publishing Co., Amsterdam.
299. M. F. ASHBY, *Acta met.* **20** (1972) 887.
300. M. F. ASHBY, *The Microstructure and Design of Alloys*, Vol. 2, p. 8 (1973), The Institute of Metals and The Iron and Steel Institute, London.
301. R. L. STOCKER and M. F. ASHBY, *Rev. Geophys. Space Phys.* **11** (1973) 391.
302. J. H. GITTUS, *Phil. Mag.* **30** (1974) 751.
303. J. T. A. ROBERTS and J. C. VOGLWEDE, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 472.
304. P. A. URICK and M. R. NOTIS, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 570.
305. M. R. NOTIS, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 271.
306. M. R. NOTIS, *Powder Met. Intl.* **6** (1974) 82.
307. M. F. ASHBY, *Acta met.* **22** (1974) 275.
308. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *Met. Trans.* **5** (1974) 2339.
309. T. G. LANGDON and F. A. MOHAMED, *J. Mater. Sci.* **11** (1976) 317.
310. F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON, *Scripta met.* **9** (1975) 137.

311. T. G. LANGDON and F. A. MOHAMED, *Grain Boundaries in Engineering Materials* (edited by J. L. Walter, J. H. Westbrook and D. A. Woodford), p. 339 (1975), Claitor, Baton Rouge.
312. E. M. HEUSE and G. PARTRIDGE, *J. Mater. Sci.* **9** (1974) 1255.
313. R. M. BLOWERS, *J. Inst. Maths. Applics.* **5** (1969) 167.
314. S. HART, *J. Phys. D* **1** (1968) 1285.
315. M. EISENSTADT, *Phys. Rev.* **132** (1963) 630; HJ. MATZKE, *J. Phys. Chem. Solids* **32** (1971) 437.
316. D. H. CHUNG and G. SIMMONS, *J. appl. Phys.* **39** (1968) 5316.
317. Y. OISHI and W. D. KINGERY, *J. Chem. Phys.* **33** (1960) 905.
318. N. SOGA and O. L. ANDERSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **49** (1966) 355.
319. P. VILLAIN, *Diffusion Data* **3** (1968) 515.
320. A. PADEL and CH. DE NOVION, *J. Nucl. Mater.* **33** (1969) 40.

### К часті 3

1. C. F. TIFFANY and J. N. MASTERS, ASTM STP 381 (1965) 249.
2. S. M. WIEDERHORN, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 227.
3. A. G. EVANS and S. M. WIEDERHORN, *Int. J. Frac.* **10** (1974) 379.
4. S. M. WIEDERHORN, A. G. EVANS and D. E. ROBERTS, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, F. F. Lange and D. P. H. Hasselman), p. 869 (1974), Plenum, New York.
5. S. M. WIEDERHORN, A. G. EVANS and H. JOHNSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **57** (1974) 319.
6. A. G. EVANS and M. LINZER, *J. Am. Ceram. Soc.* **56** (1973) 575.
7. A. G. EVANS and H. JOHNSON, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1975) 244.
8. A. G. EVANS, L. R. RUSSELL and D. W. RICHARDSON, *Met. Trans.* **6A** (1975) 707.
9. A. G. EVANS, *Int. J. Frac.* **10** (1974) 251.
10. S. M. WIEDERHORN, *Fracture Mechanics of Ceramics* (edited by R. C. Bradt, F. F. Lange and D. P. H. Hasselman), p. 613 (1974), Plenum, New York.
11. A. G. EVANS and E. R. FULLER, *Mater. Sci. Engng* **19** (1975) 69.
12. Acoustic Emission, ASTM STP 505 (1972).
13. D. O. HARRIS, A. S. TETELMAN and F. A. DARWISH, ASTM STP 505 (1972) 238.
14. A. G. EVANS, M. LINZER and L. R. RUSSELL, *Mater. Sci. Engng* **15** (1974) 253.
15. A. G. EVANS, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1975) 239.
16. A. G. EVANS, M. LINZER, S. M. WIEDERHORN and E. R. FULLER, *Bull. Am. Ceram. Soc.* **54** (1975) 576.



- Армирование волокнами 98  
 Бюргерса векторы 36  
 Бардина-Херринга источники дислокаций 175—176  
 Вейбулла распределение 118, 159  
 Вероятность разрушения 135, 139—141  
 Герпа напряжение 148  
 — трещина 148—151  
 Гриффитса уравнение 20  
 Деформация общая 96  
 — пластическая 34—37  
 Дислокации 38—40, 46—48, 55, 58, 123—126  
 Испытания проверочные 225—227  
 Карбид кремния  $\text{SiC}$  13, 91, 93  
 — урана  $\text{UC}$  193, 215  
 Карбонат кальция  $\text{CaCO}_3$ , керамика 201  
 Кермет оксид урана — молибден 201  
 Композиты, армированные керамическим волокном 98  
 — вязкость разрушения 96—101  
 — керамико-металлические 97  
 — с дисперсиями хрупкими керамическими 96  
 — — пластичными металлическими 97  
 Коши распределение размеров дефектов 139  
 Методы испытания 103—115  
 — — разрушающие 103—109  
 — — прочности при разрушении 109—112  
 — — определения скорости деформации 112—115  
 Механизм ползучести граничный 195, 196  
 Механика разрушения 20, 117  
 — — исследование 103—104  
 — — параметры 221  
 Микроскопия электронная 188, 189  
 Модели разрушения 156—160  
 — статистические 141—143  
 Напряжение при двухосном растяжении 156  
 — — — растяжении — сжатии 159  
 — — — сжатии 159—160  
 — — термическое 152—153  
 Нитрид кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$  32, 91, 126, 152, 154  
 Оже-спектры керамики из оксида магния 71  
 — метод электронной спектроскопии керамики 70—71  
 Оксид алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$  73  
 — — — вторая фаза на границах зерен 73  
 — — — диаграмма механизма деформации 215  
 — — — дислокационная активность у кончика трещины 125  
 — — — диффузия 127  
 — — — ползучесть 160, 167, 197, 209—210  
 — — — сегрегация примесей на границах зерен 70—71  
 — — — системы скольжения 194  
 — — — скорость деформации 113  
 — — — субструктура 198  
 Оксид бериллия  $\text{BeO}$  113, 193  
 — железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  поликристаллический 192, 201  
 — — — магия  $\text{MgO}$ , монокристалл 48  
 — — — — влияние примесей на механические свойства 48  
 — — — — диаграмма одноосного напряжения 38  
 — — — — поликристаллический 81  
 — — — — изготовление из монокристалла 81  
 — — — — концентрация напряжений на границах зерен 66  
 — — — — механические свойства 75  
 — — — — ползучесть 160, 167, 182, 191—192  
 — — — — пористость 74, 78, 81  
 — — — — предел текучести 43, 79  
 — — — — присутствие второй фазы 73, 210  
 — — — — проскальзывание по границам зерен 201—203  
 — — — — размер и форма зерен, распределение 67—69  
 — — — — разрушение, вызываемое пластическим течением 84—87  
 — — — — рост трещины 123, 125  
 — — — — субструктура 198  
 — — — — упрочнение дисперсионное и при образовании твердого раствора 52  
 — — — никеля  $\text{NiO}$  70, 73, 214  
 — — — тория  $\text{ThO}_2$  193  
 — — — циркония  $\text{ZrO}_2$  160  
 — — — урана  $\text{UO}_2$  126—127, 193  
 Оценка материалов керамических 14  
 — — — методика 221—222  
 — — — программа 102  
 Пластическое течение монокристаллов 41—64  
 — — — поликристаллов 64—83  
 — — — теоретические основы 34—41  
 Ползучесть 160—221  
 — — — активации энергия 185—188, 195—196, 198

- диаграмма 221
- дислокационная 175, 219
- диффузионная 161, 164, 166, 170, 185, 192, 197, 213
- испытания при растяжении 113
- — сжатия 115
- механизмы 162—178
- — граничные 163, 195—196
- — решеточные 172, 178—180, 220
- прогнозирование 220
- Прочность, деградация 89—90
- динамическая 144
- при разрушении 89, 109
- прогнозирование 143
- Просктирование изделия 13
- схема 14
- Разработка материалов 13, 20—33
- Разрушение, вероятность 135, 139—141
- вызываемое пластическим течением 84—87
- — ранее существовавшими дефектами 16—34
- исследование 103—104
- механика 20, 117
- параметры 221
- прогнозирование 15, 116—120, 224—237
- риск 135
- хрупкое, статистика 134
- Скольжения системы 34—36, 44—45, 65—67, 123
- Спектроскопия электронная по методу Оже 70, 71
- Трещина, зарождение 82
- остановка 16, 87—89, 155, 223
- распространение 16, 18, 127, 146, 152—157
- рост медленный 115, 153
- — — влияние цикличности нагружения 131
- — — диапазон напряжений 129
- — — механизм 120
- — — пластический 123
- — — диффузионный 127
- — — с термически активируемым разрывом связи 130
- Удар 144—146
- Усталость коррозионная 132
- при росте трещины 132
- при циклической нагрузке 132
- Франка-Рида источники дислокаций 172
- Фторид лития  $\text{LiF}$  41, 75, 162, 193
- Хлорид калия  $\text{KCl}$  75, 81, 193, 205
- натрия  $\text{NaCl}$ , монокристалл, предел текучести 50, 62
- — — — скольжение 45—46
- — — — усталость 63
- — — — энергия дефектов упаковки 205
- — — — полнокристаллический
- — — — кривые «напряжение — деформация» 75
- — — — — ползучести 161
- — — — — ползучести скорость 167, 193, 205—206
- — — — — энергия активации 198
- — — — — получение из монокристаллов 81
- Шпинель  $\text{MgAl}_2\text{O}_3$  214
- Эмиссия акустическая 231—236
- — источники внешние 236
- — — внутренние 233—236
- Энергия активации медленного роста трещины 154
- — ползучести 185—188, 195—198
- ударная 144—146

Условные обозначения . . . . .	5
Предисловие к русскому изданию . . . . .	11
Введение . . . . .	13
 <b>Часть 1. РАЗРАБОТКА МАТЕРИАЛОВ.</b> . . . .	 16
1.1. Разрушение, вызываемое ранее существовавшими дефектами	16
1.1.1. Условие распространения трещины. . . . .	16
1.1.2. Применение теории к разработке материалов. . . . .	20
1.2. Пластическая деформация . . . . .	34
1.2.1. Теоретические основы пластического течения. . . . .	34
1.2.2. Пластическое течение монокристаллов . . . . .	41
1.2.3. Пластическое течение поликристаллов. . . . .	64
1.2.4. Разрушение, вызываемое пластическим течением. . . . .	84
1.3. Остановка трещины и деградация прочности . . . . .	87
1.3.1. Процесс остановки трещины. . . . .	87
1.3.2. Деградация прочности . . . . .	89
1.4. Применение теоретических положений к разработке материалов	90
1.4.1. Высокопрочная керамика . . . . .	90
1.4.2. Керамика с высокой ударной вязкостью. . . . .	95
 <b>Часть 2. ОЦЕНКА МАТЕРИАЛОВ</b> . . . . .	 102
2.1. Методы испытаний . . . . .	103
2.1.1. Механика разрушения . . . . .	103
2.1.2. Прочность при разрушении . . . . .	109
2.1.3. Скорость деформации . . . . .	112
2.2. Медленный рост трещин . . . . .	115
2.2.1. Прогнозирование разрушения . . . . .	116
2.2.2. Механизмы медленного роста трещины . . . . .	120
2.2.3. Влияние цикличности напряжения . . . . .	131
2.3. Статистические колебания прочности . . . . .	132
2.3.1. Статистические функции распределения для экстремальных значений . . . . .	133
2.3.2. Статистическое распределение прочности . . . . .	134
2.3.3. Расчет статистических моделей . . . . .	141
2.3.4. Ограниченность статистических моделей. . . . .	142
2.3.5. Прогнозирование прочности . . . . .	143
2.4. Удар летящими частицами . . . . .	143
2.4.1. Динамическая прочность . . . . .	144
2.4.2. Ударные напряжения и характеристика деградации прочности. . . . .	146
2.5. Термическое напряжение . . . . .	152
2.5.1. Величина напряжения . . . . .	152
2.5.2. Условия распространения трещины. . . . .	153
2.5.3. Деградация прочности . . . . .	155
2.6. Многоосные напряжения . . . . .	156
2.6.1. Модели разрушения . . . . .	156
2.7. Ползучесть . . . . .	160
2.7.1. Характер кривых ползучести . . . . .	160
2.7.2. Механизмы ползучести . . . . .	162
2.7.3. Независимые и последовательные механизмы ползучести	178
2.7.4. Идентификация механизма, контролирующего скорость ползучести . . . . .	182
2.7.5. Примеры поведения материалов при ползучести. . . . .	191

2.7.6. Дополнительные факторы, влияющие на ползучесть керамики	208
2.7.7. Диаграммы механизма деформации	211
2.8. Методика оценки материалов	221

Часть 3. ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РАЗРУШЕНИЯ	224
-------------------------------------	-----

3.1. Проверочные испытания	225
3.1.1. Меры предосторожности при проведении проверочных испытаний	227
3.2. Акустическая эмиссия	231
3.2.1. Практические ограничения метода	233
3.3. Другие методы	236

Библиографический список	238
Предметный указатель	253

ИБ № 1881

*А. Г. Эванс, Т. Г. Лэнгдон*

## КОНСТРУКЦИОННАЯ КЕРАМИКА

Перевод с английского Л. П. Карпиловского, Б. И. Поляка

Редактор издательства А. А. Картошкин  
Художественный редактор Г. А. Жегин  
Технический редактор Н. А. Сперанская  
Корректоры: Т. А. Рюмина, В. Н. Шутиков  
Переплет художника К. И. Милаева

Сдано в набор 24.01.80. Подписано в печать 22.05.80.  
Формат бумаги 60×90<sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Бумага типографская № 2. Гарнитура литературная.  
Печать высокая. Печ. л. 16. Уч.-изд. л. 18,70. Тираж 2500 экз. Заказ 40.  
Цена 3 р. 10 к. Изд. № 0333.

Издательство «Металлургия», 119034, Москва, Г-34, 2-й Обыденский пер., д. 14.

Ленинградская типография № 6 ордена Трудового Красного Знамени  
Ленинградского объединения «Техническая книга» им. Евгения Соколовой  
Союзполиграфпрома при Государственном комитете СССР  
по делам издательств, полиграфии и книжной торговли.  
193144, Ленинград, ул. Моисеенко, 10.